



# Analyse morphologique 3D de particules de forme complexes: application aux intermétalliques dans les alliages d'aluminium

Estelle Parra-Denis

## ► To cite this version:

Estelle Parra-Denis. Analyse morphologique 3D de particules de forme complexes: application aux intermétalliques dans les alliages d'aluminium. Mécanique [physics.med-ph]. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2007. Français. NNT : . tel-00164990

**HAL Id: tel-00164990**

**<https://theses.hal.science/tel-00164990>**

Submitted on 24 Jul 2007

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE

Présentée à

**l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne**

pour obtenir

le grade de : DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE SAINT ÉTIENNE

Spécialité : IMAGE

par

**Estelle PARRA-DENIS**

et intitulée

***Analyse morphologique 3D de particules de forme complexe :***

***Application aux intermétalliques dans les alliages d'aluminium.***

Soutenue le 12 février 2007 à Saint-Étienne devant le jury composé de :

Mme Joëlle Riss  
M. Pierre Bonton  
M. Gilles Guiglionda  
M. Eric Maire  
M. Helmut Klöcker  
Mlle Cécile Barat  
M. Dominique Jeulin  
M. Christophe Ducottet

Professeur, CDGA, Bordeaux I.  
Professeur, LASMEA, Clermont-Ferrand II.  
IR, CRV, ALCAN  
CR CNRS, GEMPPM, INSA, Lyon.  
MR, SMS ENSM-SE, Saint-Étienne.  
MC, UJM, Saint-Étienne.  
Professeur, CMM ENSMP, Paris.  
Professeur, UJM, Saint-Étienne.

*Rapporteur*  
*Rapporteur*  
*Examineur*  
*Examineur*  
*Examineur*  
*Examineur*  
*Directeur*  
*Directeur*

---

# Table des matières

<b>Notations</b>	<b>ix</b>
<b>Introduction</b>	<b>xi</b>
<b>1 Présentation de la thèse</b>	<b>1</b>
1.1 Contexte industriel du projet . . . . .	2
1.1.1 L'alliage d'aluminium 5182 . . . . .	2
1.1.2 Procédé industriel et problématique . . . . .	4
1.2 Plan expérimental . . . . .	5
1.3 Historique du projet . . . . .	6
1.3.1 Projet VIRFAB . . . . .	6
1.3.2 Le projet régional thématique prioritaire "Matériaux" 2003-2006 . . . . .	7
1.3.3 Positionnement de la thèse dans le projet régional . . .	8
1.4 Présentation du sujet . . . . .	8
1.4.1 Les images . . . . .	8
1.4.2 Analyse de la distribution et de la forme des particules	9
1.4.3 Moyens de calculs et outils utilisés . . . . .	10
<b>2 État de l'art sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels</b>	<b>11</b>
2.1 Les techniques d'imagerie 3D utilisées en sciences des matériaux	12
2.1.1 Les méthodes d'observation dites "invasives" . . . . .	12
2.1.2 La microtomographie aux rayons X . . . . .	13
2.2 Les outils de caractérisation d'objets tridimensionnels . . . . .	19
2.2.1 La morphométrie . . . . .	20
2.2.2 Les modèles de forme adaptatifs . . . . .	21
2.2.3 Les modèles de structures aléatoires . . . . .	22
2.2.4 La caractérisation par des paramètres morphologiques .	22
2.3 Conclusion . . . . .	23

<b>3</b>	<b>Segmention des particules intermétalliques de l'alliage d'aluminium 5182</b>	<b>25</b>
3.1	Acquisition des images d'alliage léger l'aluminium de type 5182	26
3.1.1	Acquisition des images par MEB-FEG après dissolution sélective de la matrice d'aluminium par PATCH-PEEL . . . . .	26
3.1.2	Acquisition des images par microtomographie aux rayons X à l'ESRF . . . . .	27
3.2	La segmentation des images . . . . .	30
3.2.1	Artefacts dans les images obtenues par microtomographie aux rayons X . . . . .	31
3.2.2	Histogramme à niveaux de gris des images de AA5182 obtenues par microtomographie aux rayons X . . . . .	33
3.2.3	Présentation de la méthode de segmentation multi classes	35
3.3	Constitution d'une base de données de particules segmentées .	42
3.3.1	Région d'intérêt et découpage en sous volume d'étude .	43
3.3.2	Extraction des particules . . . . .	44
3.3.3	Problèmes de bords . . . . .	44
3.4	Bilan . . . . .	46
<b>4</b>	<b>Analyse globale de la population des particules</b>	<b>49</b>
4.1	Etude de l'histogramme des distances . . . . .	49
4.1.1	Définition . . . . .	50
4.1.2	Mise en oeuvre . . . . .	52
4.1.3	Résultats . . . . .	52
4.1.4	Conclusion . . . . .	53
4.2	Etude de la covariance . . . . .	54
4.2.1	Présentation générale de la méthode . . . . .	54
4.2.2	Mise en oeuvre . . . . .	55
4.2.3	Résultats . . . . .	56
4.3	Etude de l'érosion linéaire . . . . .	60
4.3.1	Présentation générale de la méthode . . . . .	60
4.3.2	Mise en oeuvre . . . . .	61
4.3.3	Résultats . . . . .	63
4.3.4	Conclusion . . . . .	65
4.4	Synthèse des résultats de l'analyse Globale . . . . .	66
4.5	Modélisation du matériau . . . . .	66
4.5.1	Rappel sur les modèles de structure aléatoire . . . . .	67
4.5.2	Estimation des paramètres du modèle . . . . .	70
4.6	Conclusion . . . . .	76

<b>5</b>	<b>Caractérisation de la forme tridimensionnelle complexe des particules</b>	<b>79</b>
5.1	Caractérisation paramétrique . . . . .	80
5.1.1	Les paramètres de base . . . . .	80
5.1.2	Les paramètres basés sur la notion de distance géodésique	81
5.1.3	Paramètres basés sur la matrice d'inertie . . . . .	85
5.2	Caractérisation spectrale . . . . .	89
5.2.1	Le graphe des distances euclidiennes . . . . .	89
5.2.2	Granulométrie . . . . .	91
5.3	Etude sur la courbure locale à la surface des particules . . . . .	95
5.3.1	Principe théorique de calcul de la courbure . . . . .	95
5.3.2	Maillage et calcul de la courbure avec Amira <sup>®</sup> . . . . .	96
5.3.3	Le graphe $k_{min}$ - $k_{max}$ . . . . .	102
5.4	Résultats . . . . .	105
5.4.1	Particule n°22 . . . . .	106
5.4.2	Particule n°1448 . . . . .	107
5.4.3	Particule n°3788 . . . . .	110
5.4.4	Particule n°4249 . . . . .	113
5.4.5	Particule n°4408 . . . . .	116
5.5	Conclusion . . . . .	119
<b>6</b>	<b>Analyse statistique de la population des particules</b>	<b>123</b>
6.1	Analyse directe des mesures . . . . .	124
6.1.1	Étude de la moyenne et de l'écart type des paramètres morphologiques mesurés . . . . .	124
6.1.2	Étude des graphes de distribution de l'étude paramétrique . . . . .	125
6.1.3	Étude de l'évolution de l'orientation des particules intermétalliques au cours du laminage industriel . . . . .	136
6.2	Analyse factorielle des données de l'étude paramétrique . . . . .	142
6.2.1	Étude de la corrélation des paramètres mesurés . . . . .	144
6.2.2	L'analyse en composante principale . . . . .	146
6.2.3	Comparaison de deux populations de particules intermétalliques . . . . .	152
6.3	Classification des particules intermétalliques . . . . .	159
6.3.1	La classification hiérarchique ascendante . . . . .	159
6.3.2	Résultats de la classification des particules intermétalliques de AA5182 déformé à 10% . . . . .	160
6.3.3	Évolution des cinq familles de particules au cours du laminage à chaud . . . . .	166
6.3.4	Conclusion . . . . .	167

6.4 Conclusion . . . . .	168
<b>7 Conclusion et perspective</b>	<b>171</b>
<b>A Acquisitions réalisées</b>	<b>173</b>
<b>B Obtention des échantillons</b>	<b>175</b>
B.1 Tôles analysées . . . . .	175
B.2 Découpe des tôles . . . . .	175
<b>C Outil morphologique</b>	<b>177</b>
C.1 La morphologie mathématique . . . . .	177
C.2 L'érosion . . . . .	177
C.3 La dilatation . . . . .	178
C.4 Propriétés des opérations de dilatation et d'érosion morpho- gique . . . . .	179
C.5 Problème des bords : théorème du masque de mesure . . . . .	180
C.5.1 Théorème du masque de mesure . . . . .	180
<b>D Outil Statistique</b>	<b>183</b>
D.1 Histogramme . . . . .	183
D.2 Correction d'histogramme . . . . .	183
<b>E Propriétés des moments principaux d'inertie</b>	<b>185</b>

# Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire de thèse ont été réalisés en grande partie dans le Laboratoire Traitement Signal et Instrumentation, UMR 5516 de l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne, mais également au Centre de Morphologie Mathématique de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris à Fontainebleau. Je remercie les directeurs Pierre Laporte et Fernand Meyer de m'avoir successivement accueilli au sein de leur laboratoire.

Je tiens à remercier Madame Joëlle Riss, directrice du Centre De Développement Des Géosciences Appliquées, et Monsieur Pierre Bonton, du LASMEA, qui ont accepté le rôle de rapporteur, ainsi que Helmut Klöcker d'avoir présidé le jury.

J'exprime mes remerciements à Dominique Jeulin et à Christophe Ducotet pour les trois années passées ensemble. Leur exigence, leurs conseils, leur enthousiasme, et leurs encouragements ont permis à ce travail d'aboutir.

Je remercie également tous les partenaires du projet Rhône Alpes que j'ai été emmenée à côtoyer, Helmut Klöcker, Nicolas Moulin, Matthieu Feuerstein, Annabelle Bigot, Eric Maire, Elodie Boller et José Baruchel pour nos discussions animées, et pour toutes les connaissances qu'ils m'ont transmises.

Je remercie aussi toute l'équipe IMAGE du LTSI avec qui j'ai passé de très bons moments entre discussions de travail, pauses café et sorties de détente, merci à : Nathalie, Virginie, Fred, Lionel, Jacques, Thierry,... et tous les autres. Je remercie plus particulièrement : Cécile, Hervé et Loïc avec qui j'ai successivement partagé un bureau mais également des tranches de vie. Je remercie également tous les membres du laboratoire TSiet du CMM pour leur accueil et leur aide.

Je remercie enfin ma famille pour son soutien infaillible, et mon mari présent à tous les instants.



## Remerciements

---

# Notations

## Ensembles aléatoires

Grandeurs	Notations
$T(K)$	capacité de Choquet
$C(h)$	covariance
$Q(h)$	covariance du complémentaire
$\tilde{K}$	symétrique par rapport à l'origine de K
$A^c$	complémentaire de l'ensemble A

## Mesures

Grandeurs	Notations
V	volume
S	surface
$I_c$	indice de compacité
$I_s$	indice de sphéricité
$\lambda_i$	valeur normalisée du moment principal d'inertie i
$d_x$	distance géodésique
$d_e$	distance euclidienne
$L_g$	longueur géodésique
$IG_g$	indice d'élongation géodésique
$R_g$	rayon géodésique
$R_{max}$	rayon maximal

## Morphologie mathématique

## PREFACE

---

### Grandeurs

### Notations

$\oplus$	opérateur d'addition de Minkowski
$\ominus$	opérateur de soustraction de Minkowski
$B$	élément structurant
$\varepsilon_B$	érosion morphologique par $B$
$\delta_B$	dilatation morphologique par $B$
$\gamma_B$	ouverture morphologique par $B$
$\phi_B$	fermeture morphologique par $B$
$\text{mes}[X]$	mesure Lebesgue de $X$

## Sigles

### Institutions

#### Sigles

#### Notations

CRV	Centre de Recherches de Voreppe
ENSMP	École Nationale des Mines de Paris
EMSE	École des Mines de Saint-Étienne
ESRF	European Radiation Facility

### Techniques

#### Sigles

#### Notations

ACP	Analyse en composantes principales
CHA	Classification Hierarchique Ascendante
MEB	Microscope Electronique à Balayage
EDX	analyse chimique par diffraction d'électrons

# Introduction

Le matériau étudié dans cette thèse est un alliage d'aluminium de type 5182 fabriqué par la société ALCAN. Il est couramment utilisé dans l'industrie automobile comme tôle de renfort pour les ouvrants, ou dans l'emballage pour constituer le socle des boîtes de boisson de type cannette.

Les alliages de type 5182 sont constitués d'une matrice d'aluminium dans laquelle se trouvent des particules intermétalliques. Les particules intermétalliques sont de deux sortes : des particules de phase au fer de type  $Al_x(Fe,Mn)$  et des particules magnésium silicium  $Mg_2Si$ .

Au cours du laminage industriel, un lingot est transformé en une tôle emboutissable. Les particules intermétalliques sont brisées et redistribuées dans le volume de la tôle. La compréhension de ces phénomènes est une étape clé dans la connaissance des propriétés mécaniques de la tôle finale. En effet, la formabilité et l'aspect de surface des tôles laminées sont étroitement liés à la forme des particules intermétalliques.

Des études par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) ont été menées au Centre de Recherche de Voreppe d'ALCAN<sup>1</sup>. Les images acquises au MEB sont des images bidimensionnelles avec un champ de profondeur. Elles permettent d'effectuer des observations qualitatives avec de très grandes résolutions. Sur ces images, les particules intermétalliques observées possèdent des formes complexes. Un même alliage, contient donc une grande variabilité de forme de particules. Or, la rupture des particules intermétalliques au cours du laminage, est liée à leur forme. Il est donc nécessaire d'effectuer des études quantitatives qui permettent de caractériser la forme complexe tridimensionnelle des particules.

La microtomographie aux rayons X, est une technique d'analyse qui permet une investigation tridimensionnelle de la matière. Au cours de ces dernières années, cette technique s'est peu à peu démocratisée. Le Synchrotron Européen de Grenoble (ESRF) propose différentes puissances de faisceau, en fonction du matériau étudié et de la résolution souhaitée.

---

<sup>1</sup> Alcan Centre de Recherche de Voreppe 725, rue Aristide Bergès, BP 27, 38341 VOREPPE Cedex

Les images étudiées dans cette thèse sont acquises à l'ESRF. La résolution utilisée est de  $0,7 \mu m$ . Elle permet d'observer les particules intermétalliques avec une résolution suffisante, et d'obtenir un grand champ d'observation de  $(1433 \mu m)^3$  sur les échantillons de AA5182. Sur une image reconstituée, il est possible de visualiser de quelques milliers à une dizaine de milliers de particules intermétalliques.

Les échantillons d'alliage d'aluminium balayés par microtomographie aux rayons X à l'ESRF, correspondent à de faibles états de déformation de la tôle au cours du laminage réversible à chaud. Nous avons observé des échantillons à des déformations de : 0, 2, 10, 19, 40, 82, et 123,5%.

Le sujet de la thèse consiste à étudier la rupture des particules intermétalliques contenues dans les alliages d'aluminium 5182, ainsi que leur redistribution dans le volume de la tôle, au cours du laminage réversible à chaud (correspondant à des déformations variant de 0 à 130%).

Cette thèse se divise en six chapitres. Les chapitres sont agencés comme une progression naturelle dans le travail effectué, c'est à dire la façon dont nous avons pensé le sujet au cours de la thèse :

- Comment intégrer la thèse dans des études existantes dans le domaine des matériaux.
- Quelle position adopter dans le domaine de la caractérisation de formes complexes.
- Extraire les particules intermétalliques à partir des images obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X.
- Etudier globalement la population des intermétalliques, leur distribution dans le volume, modéliser les particules...
- Caractériser la forme individuelle des particules.
- Extraire des tendances de formes et classer les particules en famille à un état de déformation, suivre les familles au cours du processus du laminage à chaud.

Le premier chapitre présente la thèse. Tout d'abord, le contexte industriel dans lequel la thèse s'est inscrite est introduit. Le matériau utilisé, ainsi que le procédé industriel sont présentés. Ensuite, le point est fait sur les études réalisées, notamment sur le contexte de la thèse dans la cadre d'un projet régional Rhône Alpes et dans la continuité du projet européen VIR\*. Enfin le sujet de la thèse est détaillé.

Le second chapitre présente l'état de l'art sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels. Les différentes techniques d'imagerie tridimensionnelle utilisées en sciences des matériaux, puis les outils de caractérisation de formes tridimensionnelles sont introduits.

Les chapitres suivants présentent les études réalisées dans le cadre de la thèse.

Le troisième chapitre porte sur l'extraction des particules intermétalliques à partir des images obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X. L'acquisition des images est d'abord détaillée. Puis la technique de segmentation mise au point est exposée. Enfin, la constitution d'une base de données de particules segmentées est expliquée.

Le quatrième chapitre propose l'analyse globale de la population des particules intermétalliques par différentes méthodes : histogramme des distances, covariance, érosion linéaire. Puis une modélisation du matériau à partir des mesures réalisées est proposée.

Le cinquième chapitre montre la caractérisation de la forme tridimensionnelle complexes des particules intermétalliques à partir de différentes mesures réalisées : mesures paramétriques, mesures spectrales, courbures locales. Une illustration des résultats est effectuée sur cinq particules extraites de la base de données constituée.

Le sixième et dernier chapitre propose l'analyse statistique des mesures effectuées. Dans un premier temps l'analyse directe des mesures est proposée. Puis, une analyse factorielle est réalisée. Enfin à partir de l'analyse factorielle, une classification des particules en cinq familles est proposée. Le suivi des familles au cours du laminage est réalisé.



# Chapitre 1

## Présentation de la thèse

Les problématiques industrielles de la société ALCAN concernant les alliages d'aluminium de type 5182 portent sur la compréhension de la rupture des particules intermétalliques le constituant, ainsi que sur leur distribution dans le volume au cours du laminage industriel. Des politiques de recherche prioritaires ont ainsi été mises au point pour répondre à ce type de problématiques, notamment le projets : européen VIR<sup>(\*)</sup>, régional Rhône Alpes à thématique prioritaire matériaux 2003-2006.

De nombreux projets formant des partenariats entre industriels, et laboratoires de recherches scientifiques, ont ainsi vu le jour. Le travail présenté dans ce mémoire de thèse s'inclut dans un projet régional Rhône-Alpes thématique matériaux n° 03 014522 01. Il concerne la compréhension du mécanisme de rupture des particules intermétalliques de formes complexes contenues dans les alliages d'aluminium de type 5182 ; ainsi que l'étude de leur distribution dans le volume de la tôle au cours du procédé industriel de laminage à chaud.

Ce chapitre expose dans la première partie le contexte industriel dans lequel s'est déroulée la thèse. Le matériau étudié est tout d'abord présenté, ensuite le procédé industriel est expliqué. Les problématiques sur lesquelles ce travail s'est penché sont explicitées. Dans une deuxième partie, nous verrons l'historique du projet, ses origines, son objectif. Dans la troisième partie, nous présentons le sujet de la thèse : le type d'images étudié, les analyses effectuées ainsi que les moyens utilisés.



## 1.1 Contexte industriel du projet

### 1.1.1 L'alliage d'aluminium 5182

L'utilisation des alliages d'aluminium est en augmentation dans divers domaines, dans l'industrie automobile pour les pièces de carrosserie, mais également dans l'industrie de l'emballage. En effet, ces alliages permettent d'alléger les véhicules par rapport à l'acier utilisé le plus souvent, tout en présentant de bonnes propriétés mécaniques, comme par exemple la formabilité nécessaire à l'emboutissage des tôles. L'alliage étudié dans ce travail appartient à la famille 5xxx. Il est utilisé comme tôle de renfort des ouvrants (portières et capots) en carrosserie automobile, ou encore pour les couvercles de boîtes de boisson (canettes). Cet alliage peut être produit à partir d'aluminium de première fusion (pauvre en fer et silicium) ou à partir d'aluminium recyclé, qui contient alors un niveau plus élevé d'impuretés en fer et silicium. Lors de la solidification de l'alliage, des particules intermétalliques  $Al_x(Fe,Mn)$  et  $Mg_2Si$  se forment, ainsi que des cavités (figure 1.1). Ces particules d'autant plus présentes que la part d'aluminium recyclé augmente, sont nuisibles pour les propriétés de formabilité de l'alliage. Elles présentent en effet des points de fragilité dans le matériau pouvant entraîner de nombreux désagréments : rupture de la tôle pendant le procédé de mise en forme, point de corrosion, aspect non satisfaisant de la pièce finale (aspect de peau d'orange).

Dans le matériau brut de coulée, c'est à dire correspondant à l'état initial de l'alliage, les particules intermétalliques présentent des formes complexes, une variabilité de taille importante, ainsi qu'une distribution volumique aléatoire.

### Composition chimique de l'alliage

L'alliage d'aluminium étudié dans ce travail est de type 5182. Les composés chimiques présents dans l'alliage sont : l'aluminium, le fer, le cuivre, le magnésium, le manganèse, le chrome, le nickel, le zinc et le titane. La composition chimique de AA5182 est donnée dans le tableau 1.1. Les éléments présents dans l'alliage forment des complexes métalliques appelés particules intermétalliques. Les particules intermétalliques sont constituées de complexes magnésium silicium et de phases au fer (figure 1.1).

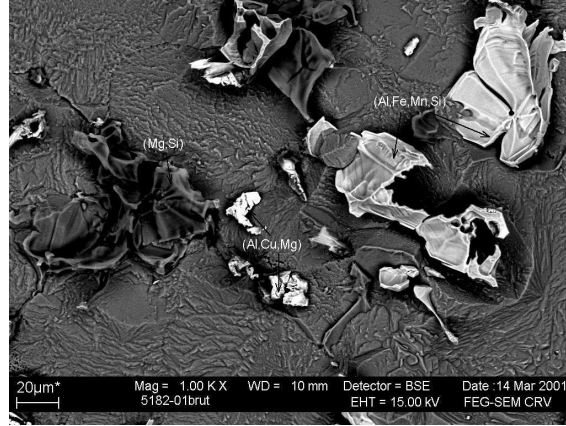


FIG. 1.1: Observations par MEB-FEG de la morphologie des phases intermétalliques en fonction de leur composition chimique à l'état brut de coulée de l'AA5182 (cliché ALCAN). Présence de particules magnésium silicium de couleur sombre, et de phases au fer de couleur claire de composition chimique (Al, Cu, Mg) et (Al, Fe, Mn, Si).

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti
0,11	0,21	0,0215	0,27	4,55	0,0033	0,004	0,005	0,001

TAB. 1.1: Composition chimique de l'alliage d'aluminium 5182 en pourcentage en masse d'aluminium

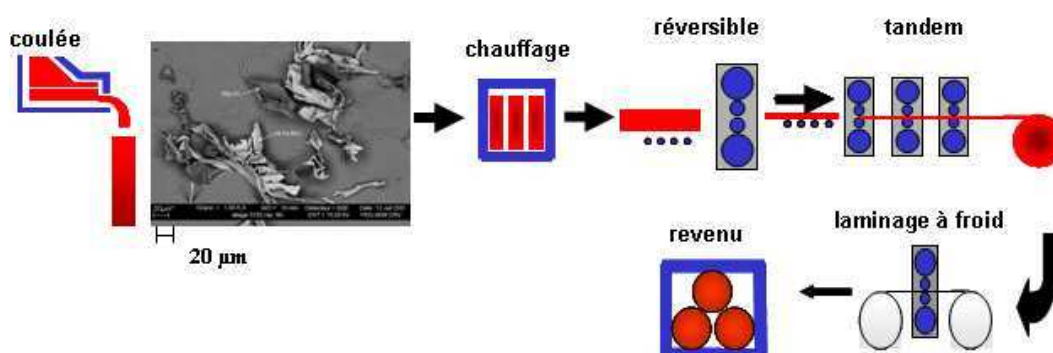


FIG. 1.2: Processus industriel utilisé pour obtenir des tôles d'aluminium.

### 1.1.2 Procédé industriel et problématique

Le processus industriel utilisé pour obtenir une tôle d'aluminium utilisable par l'industrie, est schématisé sur la figure 1.2. Il est composé de six étapes distinctes : la coulée, le chauffage, le laminage réversible, le laminage tandem, le laminage à froid, et enfin le revenu.

La coulée correspond à la fusion de l'alliage. Le chauffage est une étape qui permet d'homogénéiser le matériau. Le laminage est le processus industriel qui permet de passer d'un lingot de métal de plusieurs centimètres d'épaisseur en une tôle de quelques millimètres (la figure 1.3 représente une photo du laminoir pilote de CRV-ALCAN). Le laminage est divisé en trois étapes distinctes : la sortie réversible, la sortie tandem, qui constituent le laminage contrôlé à chaud, et le laminage à froid.

La partie du projet régional dans lequel s'inscrit ce travail s'intéresse plus particulièrement aux premières étapes du laminage réversible, entre 0 et 123% de déformation (le pourcentage de déformation est calculé en faisant le rapport entre la taille après laminage rapportée à la taille initiale du lingot).

Pendant le laminage contrôlé à chaud, les particules intermétalliques sont cassées sous l'effet des contraintes appliquées et redistribuées dans le volume du métal de façon non contrôlée. Or la répartition en taille et la distribution volumique des intermétalliques, contrôlent la formabilité de la tôle ainsi que son aspect de surface après transformation à froid.

Le but de la thèse est donc de comprendre le mécanisme de la rupture des particules en étudiant leur forme. Une approche utilisant des notions de morphologie mathématique, d'analyse d'images et d'analyse de données sera adoptée. L'autre point sur lequel ce travail se penche est l'étude de la répartition des intermétalliques dans le volume du métal.



FIG. 1.3: Photographie du laminoir pilote de CRV ALCAN sur lequel les tôles AA5182 sont mises en forme.

## 1.2 Plan expérimental

Le travail mené au cours de la thèse s'intéresse à la caractérisation de la forme tridimensionnelle des particules intermétalliques de la phase au fer et à leur évolution au cours du laminage à chaud réversible (figure 1.2). Les échantillons étudiés et prélevés au cours du laminage réversible correspondent à des états de déformation de la tôle variant de l'état brut de coulée à une déformation de la tôle de 123,5%.

Dans la thèse nous montrons les résultats obtenus à l'état de déformation 10%, 82% et 123,5%. L'état 10% correspond au tout début du laminage. À cet état nous considérons que le matériau a subi peu de changement de sa microstructure par rapport à l'état initial, et que la distribution obtenue correspond à celle que l'on obtiendrait pour le matériau à l'état brut de coulée. Les déformations 82% et 123,5 % correspondent à des déformations plus avancées du début du laminage de la tôle, à ces déformations la tôle n'a subi qu'un quart de la déformation finale.

Pour des états de déformations plus avancés les observations tridimensionnelles ne sont plus nécessaire. Une étude bidimensionnelle des particules intermétalliques suffit celles-ci ayant tendance à constituer des chapelets (illustré sur la figure 2.2 (b)) contenus dans le plan  $(\overrightarrow{DN}, \overrightarrow{DL})$  (figure 1.4).



FIG. 1.4: Visualisation des axes DN (axe y de l'image), DL (axe x de l'image) et DT (axe z de l'image) pendant le laminage de la tôle.

## 1.3 Historique du projet

Cette thèse fait partie du projet thématique prioritaire 2003-2006 "Matériaux" financé par la région Rhône Alpes. Elle s'inscrit à la suite d'études mécaniques réalisées avant le début de cette thèse dans le projet VIRFAB [5]. Dans le cadre du projet regional deux autres thèses ont été entreprises à l'Écoles des Mines de Saint-Étienne [28][69].

### 1.3.1 Projet VIRFAB

Le projet VIRFAB s'incluait dans un projet européen nommé VIR(\*) regroupant l'ensemble des industriels de l'aluminium (Alcan, Corus, Elkem, Hydro, Pechiney, Sapa, VAW, Calcom et Raytek), ainsi que des universités européennes (École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Foundation Netherlands Institute for Metals Research, Institut National Polytechnique de Grenoble, École des Mines de Saint-Étienne...). Trois politiques de recherches sur le développement de modèles de microstructures des alliages d'aluminium étaient menées de front :

- Leur élaboration étudiée dans le projet VIRCAST (coulée et homogénéisation pendant le traitement à chaud).
- Leur mise en forme à chaud étudiée dans le projet VIRFAB (laminage, extrusion et recuit).
- La mise en forme finale à froid étudiée dans le projet VIRFORM (mise

en forme).

La thèse d'Antoine Baldacci [5] qu'a précédé les études réalisées au cours du projet régional s'inscrit dans le cadre du projet VIRFAB. Elle a étudié la rupture des particules intermétalliques pendant le laminage à chaud. Un modèle a été proposé à partir d'hypothèses sur les observations MEB-FEG (Microscope Electronique à Balayage avec un canon à émission de champ) réalisées conjointement à l'École des Mines de Saint-Étienne et au Centre de Recherche de Voreppe d'ALCAN. Elle a permis une première compréhension de la rupture de particules isolées de forme complexe. Une étude théorique préliminaire sur la redistribution des particules dans le volume du matériau au cours du processus de laminage à chaud a été menée également.

La thèse de Matthieu Feuerstein [28] s'est déroulée à cheval sur le projet européen et sur le projet régional. Elle a été dédiée à l'étude de la ductilité en traction des tôles laminées de l'alliage d'aluminium 5182 ref (alliage 5182 de référence) et 5182 SHF (alliage super haute formabilité). Des observations MEB-FEG sur le matériau AA5182 *référence* ont été réalisées en sortie de laminage réversible, tandem, laminage à froid et après revenu. La répartition spatiale et la distribution des tailles des particules intermétalliques ont également été analysées aux grandes déformations. Cette thèse a permis de mettre en place des lois de comportement du 5182 référence, et de proposer un modèle micromécanique d'endommagement.

#### 1.3.2 Le projet régional thématique prioritaire "Matériaux" 2003-2006

Le projet régional dans lequel s'inscrit ce travail de thèse s'est déroulé entre octobre 2003 et janvier 2007. Il fait partie du programme thématique prioritaire "Matériaux". Ce projet avait pour but d'identifier les paramètres morphologiques qui déterminent l'aptitude des particules intermétalliques à se fragmenter au cours de la déformation par laminage industriel de l'alliage d'aluminium 5182, et également de comprendre la façon dont les fragments sont ensuite redistribués dans le volume de la tôle.

L'objectif de ce travail vis à vis du projet régional est de conduire à la maîtrise de la morphologie et de la fragmentation des intermétalliques dans le but d'améliorer la formabilité de l'alliage.

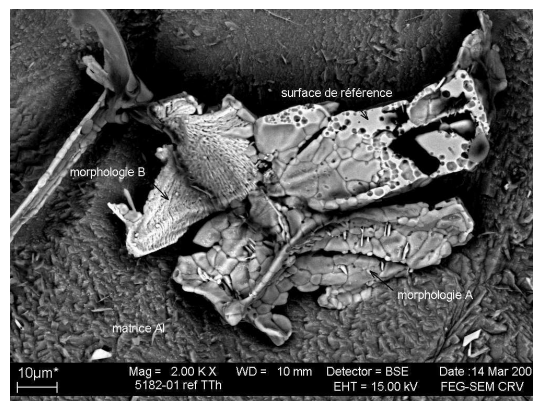


FIG. 1.5: Morphologie de particule intermétallique dans AA5182 (cliché CRV-ALCAN)

### 1.3.3 Positionnement de la thèse dans le projet régional

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'est articulé autour de plusieurs thèmes issus du projet régional :

- Compréhension de la répartition des intermétalliques dans l'espace à partir de l'analyse globale du matériau présentée au chapitre 4
- Outils d'analyse d'images 3D adaptés à la caractérisation morphologique des particules intermétalliques de formes complexes présentées au chapitre 5
- Extraction de tendance de formes typiques de particules intermétalliques en fonction de leur comportement à la rupture déduites à partir d'une analyse factorielle des données mesurées sur les particules présentées au chapitre 6.

## 1.4 Présentation du sujet

### 1.4.1 Les images

Les images étudiées au cours de ce travail de thèse sont des images tridimensionnelles à niveaux de gris de haute résolution de type  $I(x,y,z)$  obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X réalisées à l'ESRF (la résolution utilisée est de  $0,7\mu m$ ). Ces images dont les dimensions sont typiquement  $2048^3 voxels$ , correspondent à l'acquisition d'échantillons d'alliage d'aluminium de type 5182 de dimension  $1 \times 1 \times 10 mm^3$  prélevés à différentes

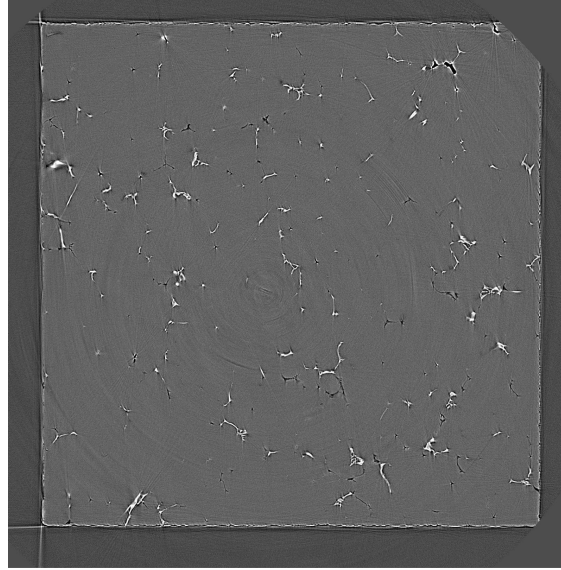


FIG. 1.6: Coupe d'un échantillon AA5182 à l'état brut de coulée obtenue par microtomographie à l'ESRF ( $1120 \times 1134 \mu m$ )

étapes du laminage à chaud, et correspondant à de faibles taux de déformation (ils sont préparés à l'École des Mines de Saint-Étienne). La figure 1.6 présente une coupe de l'image 3D acquise par microtomographie aux rayons X de AA5182.

La première étape de nos travaux a consisté à segmenter ces images de manière à extraire de façon tridimensionnelle les particules intermétalliques contenues dans l'alliage. L'acquisition et la segmentation sont présentées dans le chapitre 3.

#### 1.4.2 Analyse de la distribution et de la forme des particules

La deuxième étape de nos travaux consiste en l'extraction de données sur les particules intermétalliques. Les mesures globales sur l'ensemble des particules ont d'abord été étudiées (chapitre 4), puis leur forme tridimensionnelle complexe a été analysée par l'étude individuelle de chaque intermétallique (chapitre 5). La difficulté de ce travail liée à la nature tridimensionnelle des données, ainsi qu'aux formes complexes des intermétalliques est présentée au chapitre 2. Les enjeux et les difficultés de l'analyse de la distribution des particules dans le volume de l'échantillon, sont présentés au chapitre 4. Le chapitre 5 expose l'objectif et les problématiques liés à l'analyse de la forme



complexe des particules. Enfin, le chapitre 6 présente l'analyse statistique des données extraites sur chaque particule intermétallique.

### 1.4.3 Moyens de calculs et outils utilisés

Les images acquises à l'ESRF par la méthode de microtomographie aux rayons X sont de volume important. Aussi de nombreux problèmes de traitements et de stockage liés au volume des données acquises ont dû être résolus. Ils sont présentés au chapitre 3.

Les outils d'analyse mis au point ont été réalisés à partir des logiciels suivants :

- Microsoft© visual V6.0 (langage C++) découpage des sous volumes, reconstruction des images binaires.
- Aphelion© (langage VB/C++) segmentation des particules, mesure de paramètres morphologiques, étude de la distribution volumique des particules par covariance, simulation du matériau.
- Morphée© étude du graphe des distances entre les particules (c'est un logiciel mis au point au Centre de Morphologie Mathématique de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- Amira© maillage des particules intermétalliques dans le but d'étudier la courbure locale.
- R© (langage S) analyse statistiques des données.

## Chapitre 2

# État de l'art sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels

Ces dernières années, de nombreuses techniques d'observation (MEB-FEG, microtomographie X...) et de caractérisation de la matière (analyse EDX, analyse d'image...) ont vu le jour, grâce aux progrès réalisés dans divers domaines tels que l'électronique et l'informatique. Elles ont fourni de nouveaux outils d'investigation aux disciplines telles que la métallurgie, l'analyse de matériaux...

Dans ce chapitre, nous passons en revue les différentes techniques existant dans la littérature sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels.

La première partie présente les techniques d'extraction de données tridimensionnelles utilisées en caractérisation des matériaux et plus particulièrement en métallurgie. Ces méthodes sont présentées selon l'intérêt qu'elles présentent vis à vis de l'étude 3D des alliages d'aluminium. Aussi les méthodes invasives sont tout d'abord présentées, le polissage successif, puis la dissolution sélective (utilisée au cours du projet Rhône-Alpes). Enfin, la méthode de microtomographie X utilisée au cours de cette thèse est détaillée.

La seconde partie du chapitre s'attache à la présentation des différentes méthodes de caractérisation d'objets tridimensionnels existantes dans la littérature.

## 2.1 Les techniques d'imagerie 3D utilisées en sciences des matériaux

### 2.1.1 Les méthodes d'observation dites "invasives"

En science des matériaux, et plus particulièrement en métallurgie, les techniques d'observation des échantillons sont le plus souvent invasives. On nomme par méthodes invasives toutes les techniques d'observation d'un matériau qui entraîne la destruction de ce dernier. On peut pour exemple citer deux des techniques les plus utilisées pour l'étude tridimensionnelle d'échantillons (elles sont suivies d'une observation au microscope) :

- Le polissage successif [40]
- La dissolution sélective [41].

#### La méthode de polissage successif

La méthode de polissage successif d'un échantillon, consiste à polir à l'aide d'un élément abrasif la surface du matériau. Au fur et à mesure de l'abrasion des clichés sont réalisés. Ils constituent une pile d'images, qui une fois reconstituée, fournit une image tridimensionnelle du volume étudié.

Cette méthode donne donc accès à une information tridimensionnelle sur le matériau, et permet d'effectuer des mesures morphologiques par analyse d'image. Néanmoins, cette technique est délicate et fastidieuse ; aussi les inconvénients sont nombreux. En effet, elle demande un grand savoir faire : les coupes réalisées doivent être le plus horizontales possible, et avoir un espacement régulier pour qu'aucune distorsion sur les images ne soit introduite. Ainsi, les mesures réalisées sur l'image 3D reconstituée comportent des incertitudes importantes dues aux recalages des images selon l'horizontale, et la verticale. Enfin, l'échantillon est détruit à l'issue de l'analyse.

#### La méthode de dissolution sélective partielle développée par Alcan

La méthode de dissolution sélective se caractérise par l'extraction sélective totale ou partielle d'un des éléments d'un alliage.

La méthode développée à Alcan dans le but d'étudier les alliages métalliques, permet de laisser émerger les particules intermétalliques *in situ* de la matrice d'aluminium voir figure 2.1. Elle utilise du méthanol saturé de chlorure de potassium à basse température pour dissoudre de façon contrôlée la matrice d'aluminium. Cette méthode développée au CRV est appelée PATCH-PEEL pour *Phase Analysis and Topological Characterization by Partial Dissolution and Extractive Epoxy Layer*. L'observation qualitative

## 2.1. Les techniques d'imagerie 3D utilisées en sciences des matériaux

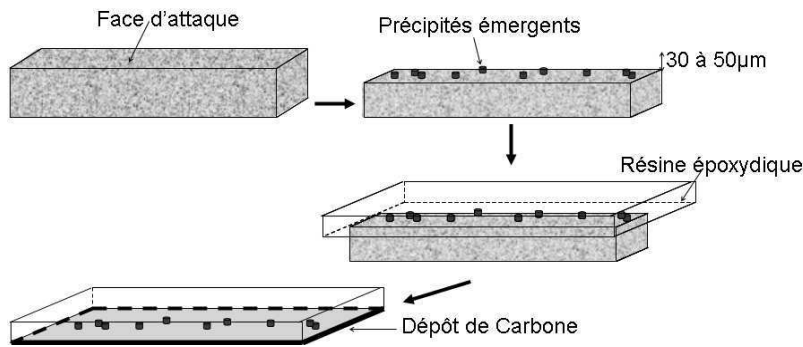


FIG. 2.1: Etapes de la dissolution selective par la méthode de PATCH-PEEL

par MEB-FEG de la morphologie des intermétalliques en trois dimensions est alors possible, ainsi que l'étude de leur agencement et de leur disposition relative dans le volume de l'échantillon étudié. En outre, elle permet l'authentification de la stoechiométrie des phases par une analyse EDX sans perturbation de la matrice d'aluminium qui est remplacée par une résine époxydique. Dans le cadre du projet Rhône-Alpes, les chercheurs du CRV ont ainsi pu mettre en évidence par cette technique, différentes morphologies d'intermétalliques, qu'ils ont pu relier à leur stoechiométrie.

Cette technique d'analyse rend donc possible les études de métallographie 3D, et permet donc la compréhension des mécanismes de germination et de croissance. Néanmoins elles ne peuvent se baser que sur une observation qualitative des objets, et il n'est pas possible d'effectuer des mesures sur leur forme (volume, surface...). De plus, le champ d'investigation en profondeur est restreint ; il dépend essentiellement de la dimension des structures observées, par exemple dans le cas des alliages d'aluminium seulement quelques micromètres de la matrice sont dissous de manière à pouvoir observer les intermétalliques sans perdre les relations d'agencement (figure 2.2).

### 2.1.2 La microtomographie aux rayons X

La tomographie par absorption de rayons X est une technique d'analyse qui permet une étude non destructive et tridimensionnelle de la matière. Elle permet de déterminer les caractéristiques internes de la microstructure sans endommagement de l'échantillon analysé. Cette technique repose sur la mesure des coefficients d'absorption du matériau traversé par un faisceau. Ceux-ci dépendent de la composition chimique de l'échantillon [6] [15] [89]. Ainsi chaque constituant (phase, intermétalliques, cavités, matrice) possède

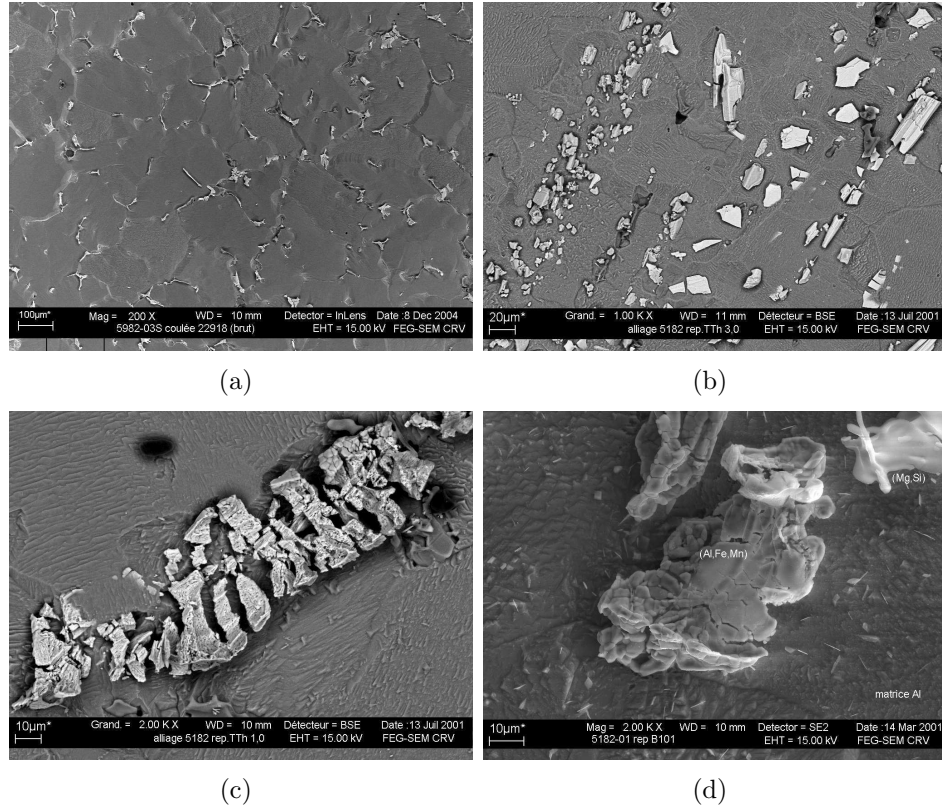


FIG. 2.2: Observations MEB-FEG réalisées à CRV ALCAN (a) Vue d'ensemble de intermétalliques à l'état brut de coulée (b) Vue d'ensemble à une déformation de 3 (c -d) Visualisation de morphologies singulières d'intermétalliques

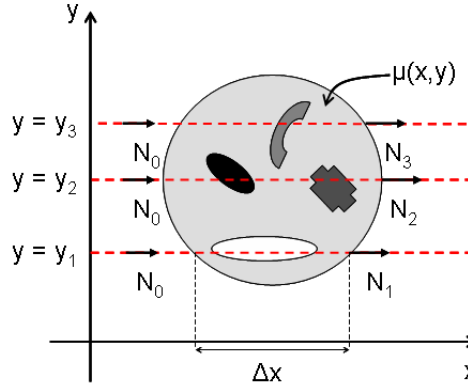


FIG. 2.3: Principe physique de la tomographie par transmission à travers une tranche de matière

un coefficient d'absorption donné qui dépend de sa masse volumique, et de son numéro atomique.

Cette technique couplée à l'utilisation de détecteurs performants, et grâce à des algorithmes de reconstruction d'images spécifiques, permet de reconstruire des images tridimensionnelles d'un volume d'étude important (typiquement de l'ordre de 2400 voxels pour une résolution de  $0,7 \mu m$ ). Ce volume dépend essentiellement de la résolution utilisée et du champ de la caméra, en outre l'information acquise est isotrope et permet de réaliser des mesures par analyse d'images.

Tout d'abord nous rappelons le principe de la tomographie, puis nous présentons la tomographie sur la ligne 19 de l'ESRF.

### Principe physique de la tomographie

Il est basé sur le principe de la radiographie aux rayons X, et utilise les propriétés d'interaction entre un faisceau de rayons X et une tranche de matière selon la loi de propagation de Beer Lambert (équation 2.1). Cette loi exprime que le nombre de photons transmis  $N_1$  à travers la tranche de matière le long du chemin  $\Delta x$  parcouru par un faisceau d'énergie  $E$ , dépend du nombre de photons incident  $N_0$  et du coefficient d'atténuation  $\mu$  de la tranche de matière traversée (voir illustration figure 2.3).

$$N_1(E) = N_0(E) \exp \left[ \int_{\Delta x} \mu(x, y_1) dx \right] \quad (2.1)$$

Ainsi, le nombre de photons  $N_0$  émis par la source, et celui transmis le

long d'une droite à travers l'échantillon de matière  $N_1$ , permettent d'estimer l'intégrale du coefficient d'atténuation  $\mu$  le long du chemin considéré équation 2.2.

$$\ln \left( \frac{N_0}{N_1} \right) = \int_{\Delta x} \mu(x, y) dx \quad (2.2)$$

Le coefficient linéaire d'atténuation  $\mu(x, y)$  peut varier le long de la trajectoire du faisceau en fonction de la composition locale de la matière au point  $(x, y)$ . Ce coefficient dépend de la densité locale  $\rho$  de la matière et de son numéro atomique  $Z$ . Dans le domaine photoélectrique, c'est à dire où  $E$  est inférieure à 200 keV,  $\mu$  s'écrit dans le repère cartésien :

$$\mu(x, y) = \rho(x, y) K \frac{Z^4}{E} \quad (2.3)$$

Dans l'équation 2.3,  $K$  est une constante.

La loi d'atténuation explique le contraste observé dans une radiographie X d'un objet massif. Chaque point du détecteur placé derrière l'échantillon, est situé en face d'une portion de matière traversée par un même faisceau de photons. Si le matériau est hétérogène, la valeur intégrée de  $\mu$  dépend de l'orientation du faisceau incident. Ainsi le niveau de gris observé sur l'image est proportionnel à  $N_1(E)$ .

Au début du vingtième siècle Radon [80] a montré que toute fonction de deux variables  $\mu(x, y)$ , peut être reconstruite à partir d'un ensemble d'intégrales mesurées sur des différentes droites du plan de définition de la fonction (voir l'équation 2.2, illustré sur la figure 2.3). La tomographie se base sur ce principe. Ainsi des radiographies sont enregistrées en faisant tourner l'échantillon entre 0 et 180 degrés. L'image tridimensionnelle est ensuite reconstruite par des algorithmes de rétroprojection filtrée [27] (figure 2.4).

Un dispositif de tomographie est composé de quatre parties : une source de rayons X caractérisée par sa plage d'énergie et sa cohérence, un système d'acquisition des données composé d'un détecteur radioscopique à écran fluorescent, une caméra CCD (Charge Couple Device), et enfin d'une plate-forme de rotation sur laquelle est fixé l'échantillon à balayer. Actuellement, on trouve plusieurs types de tomographes selon le champ d'application de l'étude à réaliser. La différence est essentiellement dans le niveau de résolution spatiale et la vitesse d'acquisition du dispositif.

## La tomographie par rayonnement synchrotron

La microtomographie aux rayons X par rayonnement synchrotron utilise un faisceau d'électrons relativistes dévié par un champ magnétique. Le rayon-

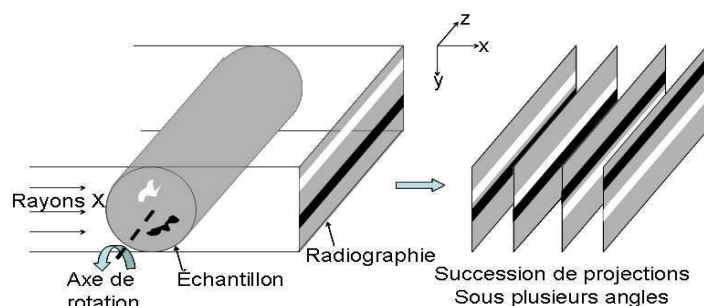


FIG. 2.4: Schéma de principe de l'acquisition des images en tomographie X

nement émis est très intense, directionnel, et couvre une large gamme d'énergie. Ses caractéristiques physiques dépendent à la fois du champ magnétique et du faisceau d'électrons [32]. Lorsque le champ magnétique est uniforme et statique, les électrons décrivent une trajectoire circulaire dans un plan perpendiculaire au champ magnétique. Le rayonnement électromagnétique émis possède alors un spectre en énergie continu et très étendu, caractérisé par l'énergie critique<sup>1</sup>. À l'ESRF l'énergie critique est de 19,2 keV pour les aimants de courbure, et l'ouverture angulaire verticale du faisceau émis est de  $170\mu rad$ . Il s'agit d'un synchrotron de troisième génération.

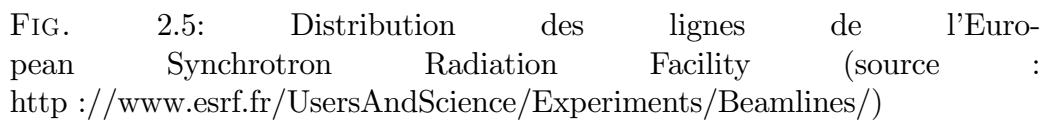
Le rayonnement synchrotron est produit par un ensemble de machines constitué de trois éléments (voir figure 2.5). Les électrons sont accélérés par un accélérateur linéaire de basse énergie; il sont amenés à leur énergie nominale par un accélérateur circulaire de type synchrotron, puis enfin ils sont injectés dans un anneau de stockage, où a lieu la génération de rayons de longueur d'onde variable.

### La microtomographie 3D par rayonnement synchrotron de l'ESRF (ligne ID19)

La ligne ID19 de l'ESRF sur laquelle les images de l'alliage d'aluminium 5182 ont été réalisées, se situe à 145 mètres de la source synchrotron (voir figure 2.5). La source étant légèrement divergente, le faisceau obtenu possède des dimensions macroscopiques (40mm x 15mm). La ligne comporte ensuite une cabine de mise en forme qui délivre un faisceau quasi parallèle, dans une gamme d'énergie comprise entre 8 et 120 keV. Le système d'acquisition est développé sur le principe d'une géométrie 3D parallèle schématisée sur la

<sup>1</sup>c'est l'énergie en dessous de laquelle la moitié de la puissance est émise; elle est exprimée en keV, et dépend des électrons et du champ magnétique.





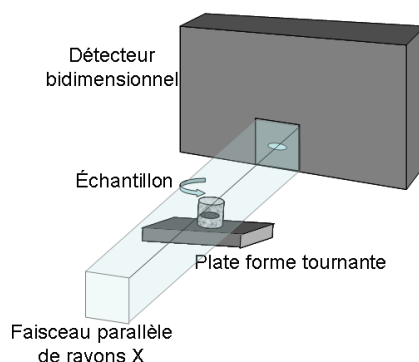


FIG. 2.6: Principe du système d'acquisition ESRF (ligne ID19)

figure 2.6.

L'échantillon est monté sur une plate forme capable d'effectuer des mouvements de translation et de rotation à haute précision. Une séquence d'acquisition d'images est réalisée en faisant tourner l'échantillon autour d'un axe perpendiculaire au faisceau et parallèle au détecteur bidimensionnel. Pour chaque angle de rotation, le détecteur enregistre le faisceau de rayons X transmis par l'échantillon. Le détecteur utilisé est composé d'un scintillateur qui convertit les rayons X en lumière visible, et d'une caméra CCD. Selon la caméra qui est utilisée, la résolution varie de 6 à  $0,28\mu m$ . La durée d'exposition de l'échantillon aux rayons X est variable et dépend de l'énergie choisie. L'imagerie aux rayons X synchrotron réalisée à l'ESRF sur la ligne 19 permet l'obtention des images de haute qualité nécessaire à l'étude des alliages d'aluminium de type 5182 (les conditions d'acquisition des images sont données au chapitre 3). Elles possèdent une résolution spatiale importante (inférieure au micromètre). Les images obtenues présentent un bon contraste et peu de bruit. En outre le voxel des images est cubique et ne nécessite pas d'interpolation, ce qui permet de réaliser des mesures non biaisées par analyse d'image.

## 2.2 Les outils de caractérisation d'objets tridimensionnels

Les outils de caractérisation d'objets bidimensionnels en analyse d'images sont très développés, et on peut trouver dans la littérature un grand nombre d'ouvrages traitant de ce sujet : les livres d'analyse d'image traitant l'approche par analyse morphologique de Coster et Chermant [18] aux chapitres

5 et 9 et de Soille [85] au chapitre 11, ou encore celui de da Fontoura Costa et Marcondes entièrement dédié à l'analyse et la classification de formes 2D [22]...

La caractérisation d'objets utilisant l'analyse d'images tridimensionnelles reste encore peu développée, les techniques d'acquisition 3D étant relativement récentes. Aussi, la caractérisation tridimensionnelle des objets est encore étudiée le plus souvent par des analyses stéréologiques qui tirent l'information 3D à partir d'images bidimensionnelles [70].

La démocratisation au cours de ces dernières années des techniques de visualisation permettant une extraction tridimensionnelle de l'information (notamment les techniques de tomographie), les méthodes d'analyse se sont développées, et la caractérisation tridimensionnelle des formes observées est devenue nécessaire. Néanmoins le terme générique de caractérisation rassemble en analyse d'images des méthodes variées qui dépendent des problèmes auxquelles elles doivent répondre : dépeindre les caractères distinctifs des formes, les marquer, les montrer, ou les préciser.

Nous présentons tout d'abord les méthodes de caractérisation basées sur la morphométrie qui permettent de marquer les objets dans le but d'évaluer leur similitude. Ensuite, nous présentons les modèles de milieux aléatoires qui permettent à partir de mesures globales de simuler des matériaux. Enfin nous parlerons de la caractérisation paramétrique, basée sur la mesure de paramètres morphologiques. Ces méthodes permettent de caractériser une forme par des mesures.

### 2.2.1 La morphométrie

Cette méthode d'analyse a été développée dans les années 70 par deux statisticiens : David G. Kendall et Fred L. Bookstein. Les ouvrages de Bookstein [11] et de Kendall [48] présentent les fondements théoriques de la morphométrie ainsi que de nombreux exemples d'applications.

Il existe principalement deux approches pour définir la morphométrie d'un objet :

- L'approche par contours qui est peu utilisée en pratique. C'est une approche bidimensionnelle.
- L'approche par points d'intérêts qui consiste à marquer des points de référence dans un objet. Ce choix est défini a priori en fonction de l'étude et du but poursuivi. Il s'agit des points remarquables d'un objet tels que les extrémités, une forme géométrique singulière...

La morphométrie permet de décrire quantitativement le concept de formes générales dans un objet. Une forme de référence est définie, par connaissance a priori, ou en moyennant les informations obtenues sur une population test.

Ensuite la distance procustérienne<sup>2</sup> entre la forme de référence et la forme étudiée, qui présente une variation en générale peu importante, est calculée en utilisant un passage par les coordonnées de Bookstein. Les coordonnées de Bookstein (chapitre 4 de [11]) sont un moyen de décrire la position relative de points d'intérêt dans des objets en s'affranchissant des différences d'échelles entre les objets, des rotations et des translations.

L'une des utilisations les plus connues de la morphométrie est la description au moyen d'une grille déformée par des splines, de la transition entre un crâne d'*Homo sapiens* et un crâne d'Homme de Néandertal. La morphométrie est également utilisée dans des domaines tels que l'anthropologie, la botanique, la zoologie, l'archéologie.

Une autre application est également faite par l'analyse statistique des points d'intérêts [8]. Une projection dans des espaces réduits obtenus par exemple par analyse en composantes principale est effectuée. Cette méthode est notamment utilisée en paléontologie, et en analyse de structures moléculaires [54] [24].

La morphométrie permet de caractériser des formes présentant des variations plus ou moins importantes autour d'une forme moyenne connues à partir d'un ensemble de points d'intérêt. Dans le cas de l'étude des particules intermétalliques contenues dans les alliages d'aluminium 5182, une grande variabilité de formes peut être observée (figure 2.2), l'extraction d'un nombre de points d'intérêt définis a priori, et d'une forme moyenne pour toutes les particules n'est pas envisageable.

### 2.2.2 Les modèles de forme adaptatifs

Ils sont utilisés pour la description quantitative de formes simples. Ils permettent également de mesurer les différences entre des formes définies en utilisant des notions de distance par exemple à une forme de référence, ou par comparaison de mesures globales entre les objets de référence et les objets modélisés.

Cette méthode d'analyse permet de créer un modèle de forme qui est invariant par rotation à partir de trois paramètres mesurés sur les objets : la rugosité de la frontière, la forme locale, et la forme globale de l'enveloppe.

On peut citer deux types de modèles différents : les modèles sphériques [35] (basés sur des modèles réalisés à partir d'harmoniques sphériques) ,et les modèles elliptiques [31] [36] [3] (basés sur un modèle de forme elliptique).

Dans les deux cas, les hypothèses suivantes sont posées :

---

<sup>2</sup>La distance procrustéenne est un moyen de mesure de distance entre deux images représentées par un ensemble de points d'intérêts décrits en coordonnées de Bookstein voir chapitre 6 de l'ouvrage de Bookstein [11].

- chaque objet doit être fermé et de forme étoilée<sup>3</sup>,
- chaque objet peut être représenté par la fonction vecteur radial normalisée (pour s'affranchir de l'effet de taille).

La fonction vecteur radial fournit pour chaque direction de l'espace  $\theta$  ( $\theta$  varie entre 0 et  $2\pi$  par rapport à un axe fixe) la distance du point de référence à sa frontière. Cette fonction est basée sur un développement en séries de Fourier- Legendre.

Le modèle dépend donc de paramètres qui sont ajustés pour coller au mieux la forme de l'objet observé à la forme de référence. Ces paramètres permettent ensuite d'estimer la ressemblance de l'objet à la forme de référence, en utilisant les notions de distances.

### 2.2.3 Les modèles de structures aléatoires

Les modèles de structures aléatoires sont utilisés pour simuler la micro-structure de matériaux hétérogènes [43] [45], comme par exemple de petites particules dispersées dans une matrice (modélisées par des réalisations de processus stochastiques), des structures granulaires, ou encore des structures biphasées. Ils sont basés sur des modèles probabilistes de type : schéma booléen, modèle des feuilles mortes, dilution...

Les modèles de type schéma booléen permettent de caractériser la rugosité des matériaux, mais également leurs propriétés physiques [43] [67]. Les modèles des feuilles mortes sont quant à eux utilisés pour simuler des vues en perspective par l'application des feuilles mortes numériques [43] [46].

Ils sont calés à partir de mesures globales sur le matériau, comme la covariance et les érosions linéaires.

### 2.2.4 La caractérisation par des paramètres morphologiques

C'est une méthode d'analyse classique utilisée aussi bien en analyse d'images bidimensionnelles qu'en analyse d'images tridimensionnelles, lorsque aucune connaissance sur la forme des objets analysés n'est connue a priori [84] [18] [85] [22].

Elle consiste à analyser la forme des objets à partir de mesures effectuées sur des images [58] [60] [84]. On peut diviser cette méthode en deux catégories :

---

<sup>3</sup>Soit  $X$  une forme étoilée, pour  $x_i$  appartient à  $X$ , il existe  $x_j$  appartient à  $X$  tel que quelque soit  $x_i$ , le segment  $[x_i x_j]$  appartient à  $X$ .  $x_j$  est appelé le point de référence de la forme.

- Analyse paramétrique [84] [18] qui consiste à la mesure de paramètres tels que :
  - Le volume, la surface.
  - Les indices de forme.
  - Paramètres morphologiques.
  - Paramètres d’inertie...
- Analyse spectrale [84] [18] : l’objet est caractérisé par un ensemble de mesures qui forment une distribution (les approches de modèles déformables basées sur l’analyse de Fourier de la fonction radiale utilisent également cette approche d’analyse spectrale de la forme) :
  - Granulométries par ouverture et fermeture tridimensionnelles
  - Graphe des distances...

Cette méthode permet de décrire les objets par une batterie de mesures. Ces mesures sont choisies de manière à décrire au mieux les formes des objets à analyser.

## 2.3 Conclusion

L’analyse des matériaux et plus particulièrement celle des alliages d’aluminium nécessite des techniques d’imagerie spécifiques. Dans le cadre de cette thèse consacrée à l’étude des particules intermétalliques dans les alliages légers d’aluminium de type 5182, la méthode utilisée est la microtomographie aux rayons X réalisée à l’ESRF sur la ligne ID19. L’étude du matériau est réalisée de manière non destructrice ce qui permet de réutiliser les échantillons pour des essais mécaniques de traction in situ, ou pour acquérir des images du même échantillon avec des résolutions différentes.

Pour la caractérisation de la forme des particules intermétalliques, en vue de la compréhension du mécanisme de rupture au cours du processus de laminage nous allons utiliser une analyse paramétrique. En effet cette approche nous permet de sélectionner des paramètres permettant de caractériser les formes tridimensionnelles variées et complexes des intermétalliques. Elle permet également de choisir des paramètres possédant un sens physique (allongement, épaisseur...).

La caractérisation globale du matériau sera également effectuée en utilisant l’approche de modélisation par des modèles de structures aléatoires, de manière à modéliser la distribution volumique des intermétalliques dans le volume de l’alliage.



## Chapitre 3

# Segmentation des particules intermétalliques de l'alliage d'aluminium 5182

L'alliage d'aluminium 5182 comporte des particules intermétalliques de deux sortes  $Al_x(Fe,Mn)$  (dont la composition exacte est  $Al_3(Fe,Mn)$  et  $Al_6(Fe,Mn)$ ) et  $Mg_2Si$  (magnésium et silicium), ainsi que des cavités. Ces intermétalliques créés au moment de la solidification de l'alliage d'aluminium sont de formes variées et complexes. Ce chapitre a pour objectif de présenter l'extraction des particules intermétalliques contenues dans l'alliage, à partir d'images obtenues par microtomographie aux rayons X et réalisées à l'ESRF.

Ce chapitre est divisé en trois parties qui correspondent chacune à une étape de l'extraction des particules, de l'obtention de l'image à la création d'une base de donnée où chaque particule est individualisée dans un fichier.

Tout d'abord, l'obtention des images est exposée. Les résultats obtenus par MEB-FEG sont présentés. Puis l'acquisition des images par microtomographie aux rayons X à l'ESRF est détaillée. Les paramètres d'acquisition et les choix qui ont été adoptés pour la résolution sont présentés.

Dans la seconde partie, nous présentons la méthode d'extraction des particules intermétalliques par analyse d'images. Les différentes techniques de segmentation envisagées puis testées sont tout d'abord exposées. Nous montrons leurs limites dans le cas de l'étude des images de l'alliage d'aluminium 5182. La démarche de segmentation multi classes mise en oeuvre dans le cadre de cette thèse, ses avantages et ses inconvénients sont ensuite présentés.

Enfin, la troisième partie montre l'extraction des intermétalliques dans une base de donnée. Les problèmes liés à la taille des images analysées sont abordés ( $2048 \times 2048 \times 2048$  voxels).

En conclusion de ce chapitre, un bilan est réalisé sur l'extraction des



particules intermétalliques dans les alliages d'aluminium de type 5182 à partir d'images obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X.

### 3.1 Acquisition des images d'alliage léger l'aluminium de type 5182

L'acquisition d'images à partir d'échantillons d'alliage d'aluminium 5182 a été réalisée en utilisant différentes techniques d'observation (voir paragraphe 2.1) :

- des observations MEB-FEG après dissolution sélective de la matrice d'aluminium (à des taux de déformation variant de 0% à 200%)
- des observations MEB-FEG après un polissage de l'échantillon (à de grands taux de déformation supérieurs à 200%)
- des observations par microtomographie aux rayons X (aux faibles déformations inférieures à 125%).

Les résultats obtenus à ALCAN par observations des intermétalliques après dissolution sélective de la matrice d'aluminium par le procédé PATCH-PEEL sont d'abord présentés. Ils montrent notamment que l'étude de la forme des intermétalliques aux faibles déformations doit être réalisée avec une méthode d'observation tridimensionnelle de la matière. La méthode de microtomographie aux rayons X présentée au paragraphe 2.1.2 est ensuite détaillée dans le cas de l'étude du matériau AA5182. Tout d'abord les paramètres d'acquisition des images qui ont été retenus sont exposés, puis l'utilisation du contraste de phase est expliquée.

#### 3.1.1 Acquisition des images par MEB-FEG après dissolution sélective de la matrice d'aluminium par PATCH-PEEL

Cette technique d'observation est réalisable à tous les stades de déformation du laminage de l'alliage d'aluminium. À l'état brut de coulée, deux morphologies caractéristiques des particules intermétalliques ont été identifiées, auxquelles des noms génériques qui décrivent leur forme ont été donnés : "trèfle" ou "choux fleur" (mais également "écaille de tortue", qui correspond à une particule de type "trèfle" dans un alliage réchauffé, de petites stries sont alors observées), et "bout de bois" voir figure 3.1 et le tableau récapitulatif 3.1.

Les formes des particules observées sont variées et complexes. Les études réalisées par MEB-FEG ont montré qu'une étude tridimensionnelle était né-

### 3.1. Acquisition des images d'alliage léger l'aluminium de type 5182

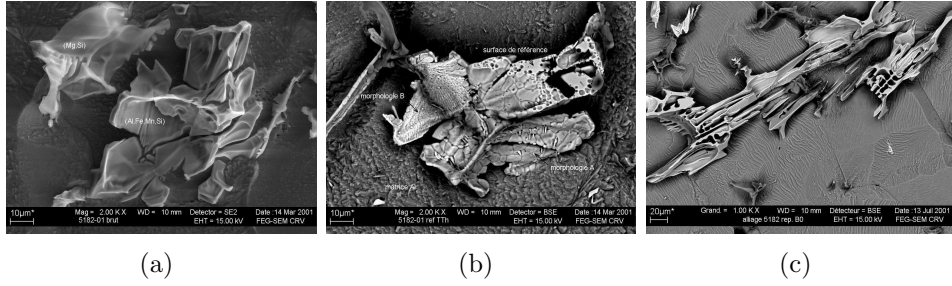


FIG. 3.1: Morphologie singulière de particules intermétalliques contenues dans les alliages AA5182 (a) "choux fleur" (b) "écaille de tortue" (c) "bout de bois"

cessaire pour appréhender le caractère tridimensionnel complexe des particules intermétalliques. Cette étude est réalisable par microtomographie aux rayons X sur de faibles états déformés, c'est à dire inférieurs à 150%, pour laquelle une résolution de l'ordre du micromètre est suffisante.

#### 3.1.2 Acquisition des images par microtomographie aux rayons X à l'ESRF

##### Les conditions d'acquisition des images

Les conditions de manipulation à l'ESRF ont été réalisées par l'équipe de la ligne ID19 : Elodie Boller, Petra Pernot, et Eva Pereiro, ainsi que Eric Maire du GEMPPM de l'INSA de Lyon. Ils ont travaillé au cours de plusieurs campagnes de prises d'images sur le calage de façon empirique des conditions opératoires. Le travail de paramétrage des conditions d'acquisition des images pour les alliages d'aluminium a donné lieu à une publication [57].

Le choix d'une faible énergie du faisceau de rayons X de 20 keV correspond à un compromis entre pénétration et contraste d'absorption. En effet pour traverser des matériaux peu diffusants comme l'aluminium, et contenant des particules intermétalliques de coefficients d'absorption proches, une faible énergie doit être utilisée de manière à accentuer la différence de niveau de gris entre la matrice d'aluminium et les particules à observer.

Deux campagnes ont été menées sur un échantillon sélectionné (brut de coulée) afin de choisir la meilleure résolution à adopter pour l'analyse des images obtenues sur l'alliage 5182. Il est apparu que pour les alliages d'aluminium étudiés aux faibles états de déformation au cours du laminage à chaud, la résolution la mieux adaptée est  $0,7 \mu m$ . Elle correspond à un compromis entre la résolution et la taille du volume reconstruit. Une résolution inférieure

Échantillons non déformés		$\text{Al}_3(\text{Fe}, \text{Mn})$	$\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$	$\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$ $x \neq \{3, 6\}$
Brut de cou- lée	Morphologie	"Aiguilles et bout de bois"		"Trèfle" et "bout de bois"
	Proportion	Majoritaire	Rare	Majoritaire
Brut de cou- lée traité thermique- ment	Morphologie	"Ailes de raie" fine- ment ciselée et "bout de bois"	Ecaille de tor- tue	"Bout de bois"
	Proportion	Majoritaire	Majoritaire	Rare

TAB. 3.1: Phases au fer présentes dans l'alliage d'aluminium 5182 (terminologie proposée par Annabelle Bigot ALCAN)

de  $0,28 \mu\text{m}$  a également été essayée, mais elle ne permet pas d'extraire d'information supplémentaire sur la forme (les détails observés en MEB-FEG, comme par exemple les microfissures des "écailles de tortue" sont trop fines pour être observées même à cette résolution). En outre, le champ d'investigation de l'échantillon qui est balayé est fortement réduit, et la population des intermétalliques extraits n'est plus statistiquement représentative.

Un recadrage a également été effectué, avec un passage du codage de 4 à 1 octet, les minima et les maxima ont été choisis assez resserrés, de façon à obtenir un bon contraste dans l'image à 256 niveaux de gris. Ce recadrage a pour effet de saturer l'image aux extrémités de l'échelle des niveaux de gris.

### Les conditions opératoires retenues

- L'énergie du faisceau de rayons X utilisée est de 20 keV.
- Le temps de pause entre chaque rotation est 0,8 sec.
- Le nombre de prises de vue (rotations) par coupe est de 1500.
- La distance entre le capteur et l'échantillon est de 25 mm.
- La résolution des images utilisée est  $0,7 \mu\text{m}$ .
- La grille de l'image obtenue à partir de la caméra CCD de type Frelon est une maille cubique, la résolution est donc identique selon chacun des axes de l'image (aucune distorsion n'est introduite).
- La dimension des images acquises est typiquement de l'ordre de 5 Go

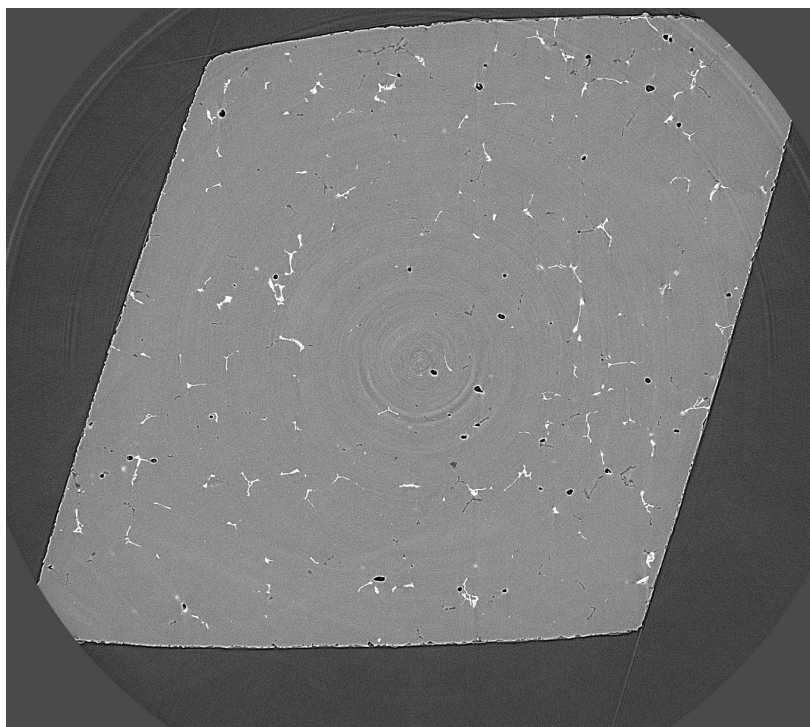


FIG. 3.2: Coupe obtenue par microtomographie aux rayons X de l'alliage d'aluminium 5182 déformé à 2% (blanc : phase au fer, gris clair : matrice d'aluminium, gris plus foncé : Mg<sub>2</sub>Si, noir : cavités)

#### Utilisation du contraste de phase

Les images sont ensuite reconstruites en utilisant le contraste de phase. Le contraste de phase utilisé en tomographie provient du déphasage entre le faisceau de rayons X référence et le faisceau ayant traversé l'objet balayé [32]. Ce phénomène est modélisé grâce à un indice de réfraction complexe. La partie imaginaire représente le contraste d'atténuation et la partie réelle est liée au déphasage de l'onde. La modulation de la phase donne dans la plupart des cas un contraste supérieur à celui de l'atténuation. Cette technique est donc particulièrement intéressante pour l'étude de matériaux légers faiblement absorbants tels que les polymères, mais également pour les matériaux multiphasés dont les constituants absorbants ont un coefficient d'atténuation proche<sup>1</sup>, tel que dans les alliages d'aluminium de type 5182.

---

<sup>1</sup>Le coefficient d'atténuation dépend du niveau d'énergie des photons du faisceau de rayons X utilisé 20keV et du numéro atomique des constituants du matériau ; pour AA5182 on a :  $Z_{Al}=13$ ,  $Z_{Fe}=26$ ,  $Z_{Mn}=25$ ,  $Z_{Mg}=12$ ,  $Z_{Si}=14$

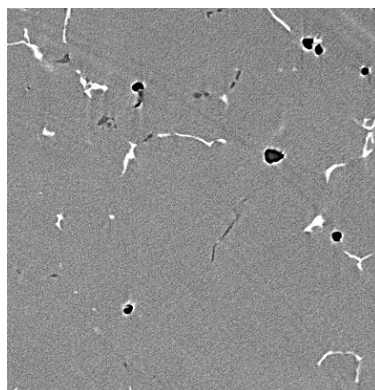


FIG. 3.3: Détail de la figure 3.2 , blanc : phase au fer, gris clair : matrice d'aluminium, gris plus foncé :  $Mg_2Si$ , noir : cavités.

Dans le cas de l'étude du matériau AA5182, il permet donc d'attribuer des niveaux de gris différents à la matrice d'aluminium, et aux particules intermétalliques  $Al_x(Fe,Mn)$  et  $Mg_2Si$ .

### Données disponibles

Les images qui ont été acquises à l'ESRF au cours de la thèse ont un format de données brut (de type raw), et des dimensions importantes supérieures à 5 Go. Différents échantillons prélevés au cours du laminage réversible ont été analysés à l'ESRF (voir annexe A). Les échantillons étudiés correspondent à des taux de déformation variant de 0% (matériau brut de coulée) à 123,5%. Ils ont été choisis en concertation avec l'ensemble des partenaires du projet Rhône Alpes, quatre faibles taux de déformation 0, 2, 10 et 12% puis quatre taux plus importants 19, 41, 82, et 123,5%.

## 3.2 La segmentation des images

La segmentation représente dans l'analyse d'images la partie la plus sensible. Elle permet en effet d'extraire une région voulue à partir des données acquises sur une image par différentes techniques. Dans le cadre de cette thèse, les objets qui sont segmentés sont les particules intermétalliques contenues dans le matériau AA5182. Une fois chaque région segmentée, il devient alors possible d'effectuer des mesures sur chacune. On comprend alors que la validité de ces mesures dépend étroitement de la qualité de la segmentation

appliquée. La segmentation des images demande donc une bonne connaissance du type d'images qui est analysé, et de ce que l'on veut en extraire.

Les observations des particules intermétalliques qui ont été réalisées à ALCAN-CRV par MEB-FEG après dissolution sélective de la matrice d'aluminium nous ont permis de nous forger une idée sur la morphologie des particules. En outre, la connaissance de la méthode d'acquisition des images nous renseigne sur la nature du bruit et des artefacts contenus dans les images.

La figure 3.2 montre une coupe de l'image tridimensionnelle de AA5182 étudiée par microtomographie aux rayons X. La figure 3.3 correspond à la visualisation des détails de l'image, les particules de type  $Al_x(Fe,Mn)$  ont un niveau de gris très clair, les  $Mg_2Si$  ont un niveau de gris légèrement plus sombre que celui de la matrice d'aluminium, et les cavités ont un niveau de gris très faible qui se traduit par une couleur noire sur l'image.

Cette section est divisée en 3 parties. Les deux premières présentent les images obtenues sur l'alliage d'aluminium 5182 par microtomographie aux rayons X. Nous montrons tout d'abord les différents types d'artefacts présents sur les images, c'est à dire les phénomènes inhérents à l'utilisation du contraste de phase. L'obtention de l'histogramme à niveaux de gris est ensuite présentée et celui ci est interprété. Enfin, nous traitons la segmentation des images.

### 3.2.1 Artefacts dans les images obtenues par microtomographie aux rayons X

Les images obtenues sur le matériau AA5182 comportent un certain nombre de défauts. Ces défauts doivent être corrigés au moment de l'étape de segmentation pour ne pas introduire de biais dans les trois classes qui sont réalisées. Elles correspondent à un type d'intermétalliques :  $Al_x(Fe,Mn)$ ,  $Mg_2Si$  ou aux cavités .

#### Les artefacts de type anneaux (ou rings artefacts)

Ils se traduisent sur les images par des anneaux de formes plus ou moins concentriques (figure 3.4). Ils résultent de défauts physiques du détecteur utilisé, retransmis ensuite sur l'image au moment de la rétroprojection. En effet, certains pixels ont une réponse non linéaire, nulle ou changeante au cours de l'enregistrement, ces pixels étant toujours à une distance identique du centre, le défaut est toujours localisé au même endroit sur le sinogramme. Ils donnent lieu à des mauvaises reconstructions sous forme d'anneaux concentriques. Ils sont généralement bien localisés sur des plans bidimensionnels et peu nombreux.

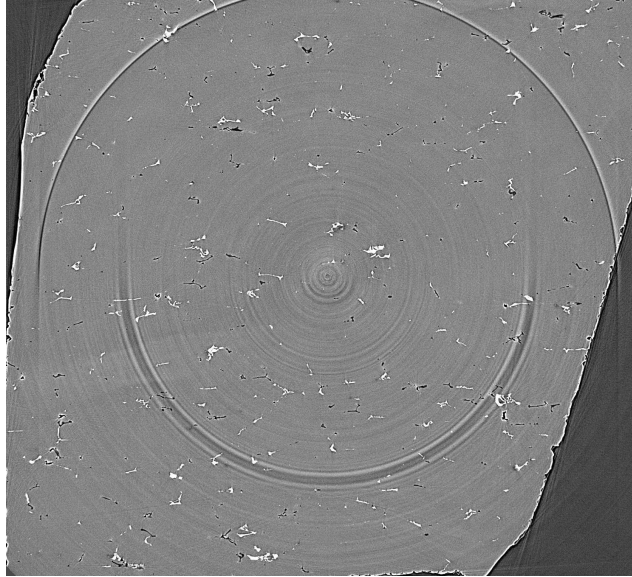


FIG. 3.4: Coupe de AA5182 déformé à 82% contenant des artefacts de type *anneaux*

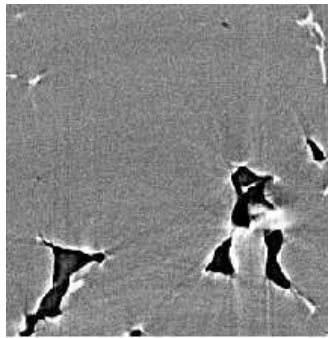


FIG. 3.5: Coupe de AA5182 déformé à 10% contenant des artefacts de type *contraste de phase*

Les anneaux se détectent facilement à l'oeil nu, leur forme en arc de cercle, et le niveau de gris des pixels (voxels) qui les compose, est différent de celui des pixels contenus dans leur voisinage immédiat. Néanmoins, ils sont très difficiles à supprimer sur les images obtenues sur AA5182 : leur niveau de gris est similaire à celui des intermétalliques ( $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$ ), et ils sont parfois proches dans le plan  $z$  ; ce qui se traduit par l'extraction d'un même anneau sur une dizaine de plans et avec une épaisseur de un à plusieurs voxels. Leur taille est variable en fonction de leur localisation dans l'image (centrale ou externe par rapport au centre).

Les images contenant trop d'anneaux n'ont pas pu être exploitées, compte tenu de la difficulté de les segmenter séparément des phases intermétalliques. De plus, si les anneaux intersectent des intermétalliques sur une grande partie de l'image (comme c'est le cas sur la figure 3.4) alors une erreur importante sur la mesure des populations des particules touchées est engendrée.

Dans certaines images comme celle du matériau déformé à 123,5%, les anneaux se localisent à partir d'une profondeur donnée assez importante et l'image a donc pu être exploitée en partie. En général, les images comportant des anneaux centraux n'ont pas pu être exploitées, contrairement à celles présentant des anneaux périphériques. Le volume des anneaux périphériques étant beaucoup plus important que celui des intermétalliques, ils peuvent être extraits séparément.

### Le contraste de phase

Il introduit du bruit sur les images en accentuant le contraste de la frontière des objets. En effet, le pourtour des phases au fer  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$  a un niveau de gris égal à celui des  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Inversement les pourtours des particules de type  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et des cavités, possèdent un niveau de gris identique aux  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$  (figure 3.5).

### 3.2.2 Histogramme à niveaux de gris des images de AA5182 obtenues par microtomographie aux rayons X

Le choix de techniques de segmentation appropriées est fait en fonction de l'histogramme des niveaux des gris. Pour les histogrammes bimodaux par exemple, de nombreux algorithmes de détection automatique du seuil sont utilisables (seuillage par entropie, maximisation ou minimisation de la variance intra ou interclasse ...).



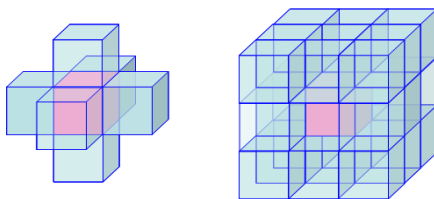


FIG. 3.6: Illustration des relations de voisinage tridimensionnelles en analyse d'images, à gauche un voisinage de type 6 autour du voxel rose est présenté, à droite il s'agit d'un voisinage de type 26.

Dans le cas d'une image tridimensionnelle, l'histogramme des niveaux de gris se calcule de façon similaire à celui d'une image bidimensionnelle. Ainsi pour une image de taille  $x \times y \times z$ , on calcule pour chaque plan ( $x \times y$ ) l'histogramme à niveaux de gris. L'histogramme des niveaux de gris de l'image tridimensionnelle correspond à la somme des histogrammes des  $z$  plans de l'image.

La figure 3.7 représente l'histogramme des niveaux de gris de l'image obtenue par microtomographie X à l'ESRF sur AA5182 déformé à 10% (les histogrammes des images de l'alliage pris à des déformations différentes présentent le même aspect).

Sur cet histogramme, nous constatons que les niveaux de gris de l'image sont essentiellement dispersés entre les valeurs 40 et 255 et qu'il n'est pas possible d'observer les pics correspondant aux particules.

L'histogramme obtenu présente la forme d'une gaussienne. Il indique que le fond de l'image composé de la matrice d'aluminium présente un niveau de gris homogène. Néanmoins, même si l'histogramme est visualisé en échelle logarithmique il n'est pas possible d'extraire le fond pour faire ressortir des classes de particules.

Nous remarquons également deux pics autour des valeurs extrémales 0 et 255. Ils correspondent à la saturation de l'image aux extrema de l'échelle des niveaux de gris, réalisée afin d'accentuer le contraste entre les particules  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et la matrice d'aluminium.

Les particules observées sur l'image du matériau déformé à 2% ont été identifiées avec l'aide d'une spécialiste du Centre d'Étude de Voreppe d'ALCAN en analyse des alliages d'aluminium contenant des intermétalliques : Annabelle Bigot. Chaque type d'intermétalliques a été identifié, et la plage de niveaux de gris lui correspondant a été établie :

- les particules de la phase au fer possèdent un niveau de gris très clair compris entre 190 et 255
- les particules de type  $\text{Mg}_2\text{Si}$  ont un niveau de gris compris entre 56 et

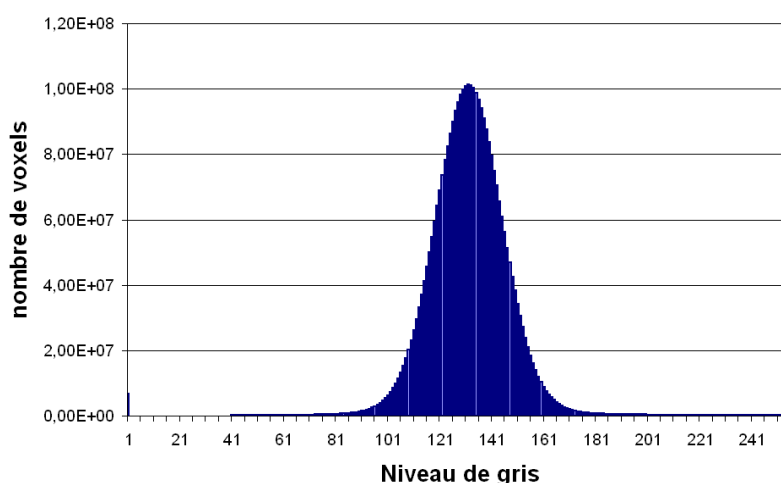


FIG. 3.7: Histogramme à niveaux de gris de l'image de AA5182 déformé à 10% obtenus par microtomographie aux rayons X.

118

- les cavités ont un niveau de gris très foncé compris entre 0 et 60.

On constate que les niveaux de gris des cavités et des intermétalliques  $Mg_2Si$  se chevauchent. Les deux groupes ne peuvent donc pas être segmentés de façon triviale. De plus, le bruit introduit par le contraste de phase sur le contour des particules possède également un niveau de gris similaire à celui des intermétalliques. Il est donc difficile de seuiller directement un des groupes d'objets à partir des informations fournies par l'histogramme des niveaux de gris.

Pour chaque état de déformation du matériau AA5182, les seuils des niveaux de gris des objets sur les images obtenues par microtomographie aux rayons X ont du être évalués. Ils dépendent en effet des conditions opératoires et varient en fonction des petites variations de la puissance du faisceau de photons, mais également en fonction de la microstructure du matériau.

### 3.2.3 Présentation de la méthode de segmentation multi classes

La segmentation des images obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X de l'alliage d'aluminium 5182 a représenté une des difficultés du travail réalisé au cours de la thèse. En effet, comme nous l'avons vu dans les deux paragraphes précédents les images comportent du bruit et

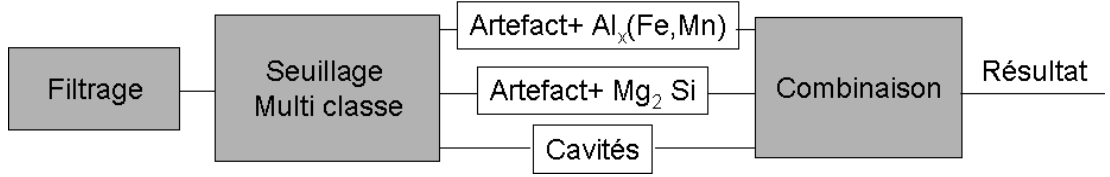


FIG. 3.8: Schématisation de la méthode de segmentation multi-classe

des artefacts. En outre les niveaux de gris entre les objets à extraire sont continus.

La segmentation multi classes se divise en trois étapes distinctes (voir figure 3.8) :

- Une étape de filtrage de manière à obtenir un signal lissé.
- Une étape de segmentation multi classe correspondant à une segmentation par seuil haut et seuil bas.
- Une étape de combinaison de l'information issue de l'étape précédente.

Dans cette section, nous développons chacune des étapes de la segmentation mise au point. Nous illustrons les résultats par la segmentation de AA5182 déformé à 2%.

### Le filtrage des images

L'amélioration voulue de l'image doit être effectuée avec le moins de perte de qualité. Les petites fluctuations de niveaux de gris présentes sur l'image brute ne sont pas significatives.

Le filtrage de l'image par un filtre gaussien s'obtient par convolution de l'image à niveaux de gris avec un noyau de convolution (symétrique et normalisé) et correspondant à l'équation 3.1 [49][17].

Numériquement, la convolution de l'image est obtenue en prenant la moyenne pondérée par le noyau de convolution du voxel courant et de ses  $x$  voisins (si le noyau est de taille 3 alors le voisinage à considérer est de type 26). Le principal avantage de ce type de filtre est d'être adapté dans le cas de bruit blanc. La valeur de l'écart type de la gaussienne appliquée aux images du matériau déformé à 2% est  $\sigma = \frac{3}{4}$ .

$$h(x, y, z) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \exp\left(\frac{-(x^2 + y^2 + z^2)}{2\sigma^2}\right) \quad (3.1)$$

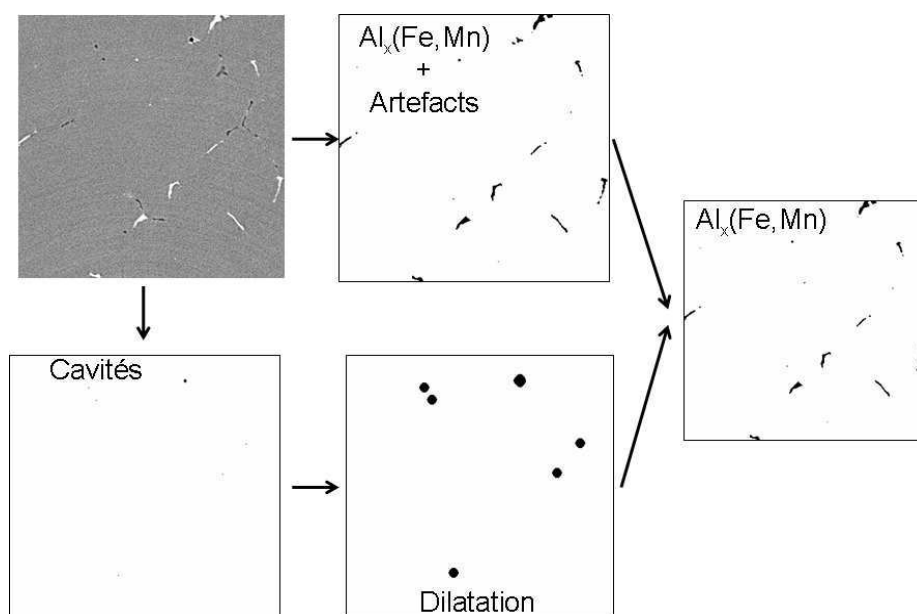


FIG. 3.9: Illustration des différentes étapes de la segmentation des particules de la phase au fer de AA5182 déformé à 2%

### La segmentation multi classes

**Seuillage manuel** Chaque type de particule intermétallique est segmenté séparément par l'application d'un seuil bas et d'un seuil haut. Pour les particules de la phase au fer nous fixons  $s_1$  et  $s_2$ , pour les particules de type  $Mg_2Si$  nous fixons  $s_3$  et  $s_4$ . Pour le matériau déformé à 2% par exemple ces seuils ont été donnés au paragraphe 3.2.2.

Les seuils  $s_1$  et  $s_2$ , ainsi que les seuils  $s_3$  et  $s_4$ , sont choisis manuellement de façon à ce que la population de chaque type de particule intermétallique soit totalement incluse dans un des deux groupes intermédiaires définis.

À cette étape, les populations des phases au fer et des  $Mg_2Si$  ne sont pas correctement segmentées. Elles contiennent en effet des artefacts qui sont dus à l'acquisition de l'image. Par exemple, les halos résultant du procédé de contraste de phase sur le pourtour des particules de la phase au fer ont le même niveau de gris que les particules  $Mg_2Si$ . Inversement ceux situés au voisinage des cavités et des  $Mg_2Si$  ont le même niveau de gris que les particules de phase au fer  $Al_x(Fe, Mn)$ . Une combinaison de tous les résultats intermédiaires doit être appliquée aux images pour extraire les intermétalliques, indépendamment des halos caractéristiques de la méthode d'acquisition des images.

**La segmentation par croissance de région** Les cavités sont quant à elles segmentées par la méthode de segmentation par croissance de région.

**Principe** Les régions homogènes de l'image sont d'abord localisées, puis la croissance est étendue aux pixels voisins sur des critères de similarité. Le processus est continué jusqu'à ce que chaque voxel soit attribué à une région.

Cette méthode de segmentation nécessite donc la définition de marqueurs pour les objets à segmenter, mais également des critères d'agglomération (c'est à dire d'appartenance à la région de propagation en cours). Les objets doivent posséder des niveaux de gris assez homogènes, et les marqueurs doivent être définis de façon robuste.

**Application aux images** Cette technique de segmentation s'est révélée efficace sur les images pour la segmentation des cavités. Des marqueurs sont tout d'abord définis en choisissant une fourchette de niveaux de gris telle que chaque cavité soit marquée  $s_5$  et  $s_6$ , puis la croissance de la région est obtenue par agglomération des voxels voisins selon un critère de ressemblance. Le contraste de phase sur les images se traduit par un halo lumineux de niveaux de gris plus élevés sur le contour des cavités, et un critère d'agglomération par histogramme sur le voisinage est donc possible. Le niveau de gris des voxels dans le voisinage est comparé à la valeur du germe à l'origine de la région. Si la différence est inférieure ou égale à un seuil fixé  $s_7$ , alors le voxel voisin est agrégé à la région courante.

## Combinaison

Une combinaison des images intermédiaires est effectuée pour s'affranchir des artefacts sous forme de halo de chaque population intermédiaire. Considérons que la population à extraire soit constituée des particules de la phase au fer  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$ . Le contraste de phase de même niveau de gris que les particules de la phase au fer se situe sur le pourtour de la population « $\text{Mg}_2\text{Si}$  + cavités». Une dilatation morphologique tridimensionnelle de « $\text{Mg}_2\text{Si}$ +cavités» (par un élément structurant isotrope de type octaédrique ou sphérique) élimine le halo. Un octaèdre de taille  $t$  est choisi comme élément structurant de manière à recouvrir par dilatation morphologique le halo lumineux caractéristique du contraste de phase (la taille du halo est propre à une image). Différents essais ont été menés pour trouver la taille idéale de la dilatation morphologique à appliquer.

Une fois la dilatation effectuée, l'union entre la population « $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$  + halo» et le complémentaire de la population « $\text{Mg}_2\text{Si}$  + cavités» dilaté est

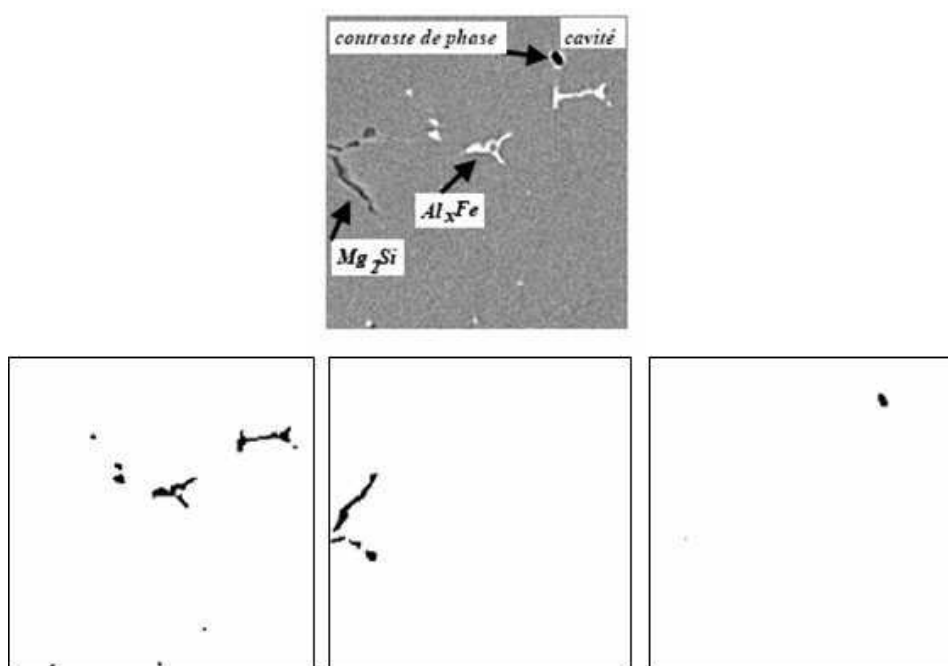


FIG. 3.10: Résultat de la segmentation multiclass des particules intermétalliques sur une coupe du matériau AA5182 déformé à 2% ; au dessus de gauche à droite image brute, puis de gauche à droite extraction des particules de la phase au fer, extraction des Mg<sub>2</sub>Si, extraction des cavités.

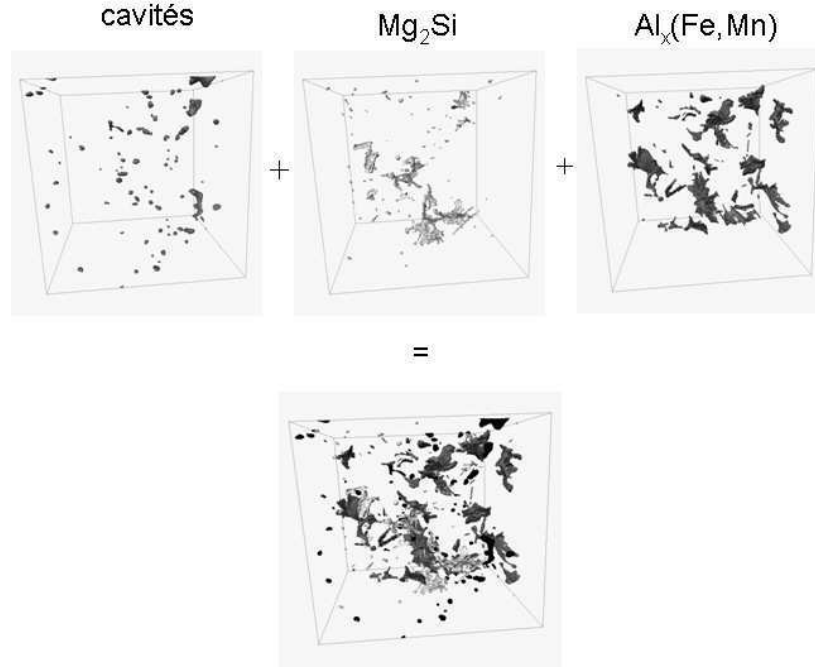


FIG. 3.11: Résultat de la segmentation multiclasse pour le matériau AA5182 déformé à 2% (taille de l'image :  $1,4 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ , fractions volumiques : 0,411% de phase au fer, 0,15% de  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , et 0,13% de cavités)

réalisée. Nous obtenons une segmentation correcte des particules intermétalliques  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$  ainsi que des cavités. L'illustration des étapes nécessaires à l'extraction des particules de la phase au fer est présentée sur la figure 3.9. Les résultats de la segmentation sur le matériau déformé à 2% sont présentés sur les figures 3.10 et 3.11.

### Algorithme complet

Soit  $I_1$  l'image d'un échantillon d'alliage d'aluminium de type 5182. Cette image correspond à un sous volume de l'image acquise à l'ESRF. Nous proposons ci-dessous l'algorithme complet de segmentation multi classes servant à extraire les particules  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  ainsi que les cavités :

1.  $I_2 \leftarrow I_1 * (\text{masque gaussien de taille } 3^3)$
2.  $I_3 \leftarrow \text{Seuillage}(I_2, s_1, s_2)$
3.  $I_4 \leftarrow \text{Seuillage}(I_2, s_3, s_4)$
4.  $I_5 \leftarrow \text{Seuillage}(I_2, s_5, s_6)$

5.  $I_6 \leftarrow \text{Croissance de région}(I_5, s_7)$
6.  $I_7 \leftarrow \text{Dilatation}(I_4, t)$
7.  $I_8 \leftarrow \text{Inverse}(I_7)$
8.  $I_9 \leftarrow I_3 + I_8$
9.  $I_{10} \leftarrow I_4 - I_6$

L'image  $I_9$  contient la segmentation des particules de la phase au fer. L'image  $I_{10}$  contient les particules de type  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . L'image  $I_6$  contient les cavités (voir résultat illustré sur la figure 3.11)

### Validation

La méthode de segmentation multi classes a été mise au point au cours de cette thèse de façon à extraire les particules en se basant sur les connaissances a priori de l'image. Pour se faire, les différents partenaires du projet Rhône-Alpes se sont réunis afin de mettre en commun leurs compétences concernant la caractérisation des intermétalliques (par des méthodes d'observations MEB-FEG notamment).

Les seuils  $s_1$  et  $s_2$ ,  $s_3$  et  $s_4$ ,  $s_5$  ont été fixés et validés par l'ensemble des partenaires pour le matériau déformé à 2%, ainsi que la taille  $t$  de dilatation nécessaire à couvrir le halo caractéristique du contraste de phase.

Pour les autres états de déformation, nous nous sommes basés sur ces connaissances pour fixer les nouveaux seuils et la taille de la dilatation adéquats.

### Conclusion

La méthode de segmentation multi classes mise au point est efficace dans le cas de la segmentation des particules intermétalliques dans les alliages d'aluminium. Elle a été validée par les différents partenaires du projet.

Néanmoins cette technique présente de nombreux inconvénients que nous présentons ci-après :

- Les images doivent être de bonne qualité et ne pas présenter trop d'anneaux. En effet, il n'est pas possible par cette méthode d'extraire les anneaux, leurs niveaux de gris variant du niveau de gris des particules de la phase au fer à celui des  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .
- Le contraste entre les  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et la matrice d'aluminium doit être suffisant. Or, au cours des manipulations, nous avons constaté qu'il n'était pas toujours possible de l'obtenir même en utilisant le contraste de phase.



- Les paramètres de seuil sont fixés à la main, ainsi que l'estimation du pas de la dilatation nécessaire pour s'affranchir des halos lumineux sur les pourtours des objets. La qualité de la segmentation dépend donc en grande partie de la sensibilité de l'opérateur.

Seules les particules des phases au fer ont été étudiées dans la suite de ce travail de thèse. En effet, ces particules intermétalliques peuvent être extraites sur une grande partie des images réalisées à l'ESRF (si celles ci ne présentent pas trop d'anneaux). Il a été montré par Matthieu Feuerstein au cours de son travail de thèse [28], que ce sont les particules de la phase au fer  $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$  qui sont à l'origine de points de fragilité dans l'alliage, ainsi que de son mauvais aspect de surface. Elles sont en effet moins ductiles que les particules de type  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .

### 3.3 Constitution d'une base de données de particules segmentées

L'objectif de la segmentation des particules intermétalliques de l'alliage d'aluminium 5182 est d'obtenir une base de données pour chaque état de déformation contenant l'ensemble des particules contenues dans l'échantillon.

La méthode de microtomographie aux rayons X (réalisée à l'ESRF) utilisée pour l'étude par analyse d'images de AA5182 fournit une grande quantité de données à traiter. Les images à niveaux de gris qui sont obtenues sont de tailles importantes variant entre 2 Go et 7 Go (récapitulatif des tailles des échantillons après extraction de la zone d'intérêt dans le tableau A.1). L'image correspondant au balayage entier d'un échantillon est donc découpée en plusieurs fichiers de taille inférieure à 2,1Go (correspondant à la limite maximale de gestion des fichiers sur des plateformes de type 32 bits).

Ces images pour être traitées doivent encore être fractionnées de manière à pouvoir gérer une image courante et une image traitée en mémoire vive sur un ordinateur standard de bureau.

Dans cette section nous présentons la démarche utilisée pour extraire les données tridimensionnelles acquises par microtomographie X. Tout d'abord nous présentons la démarche utilisée pour déterminer la région d'intérêt (ROI) dans l'image et pour la découper. Ensuite nous expliquons la construction de la base de données. Enfin nous exposons la méthode de reconstruction des particules, mise au point au cours de la thèse.

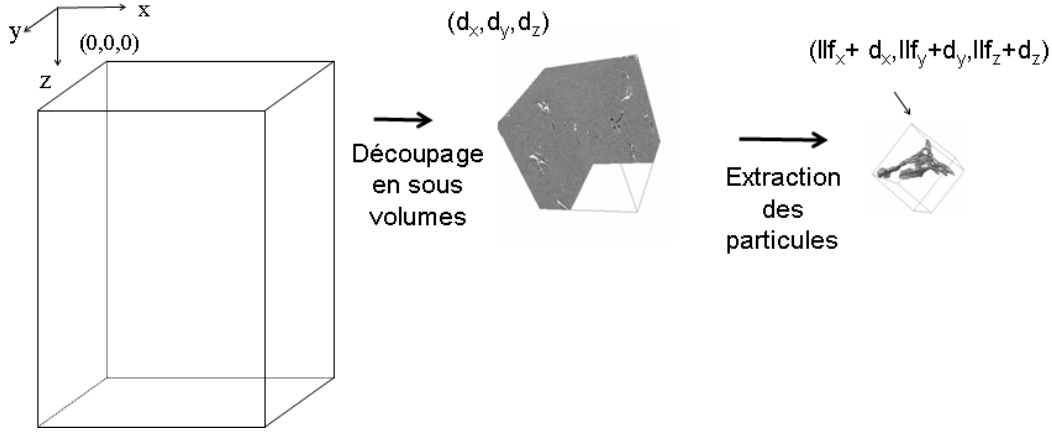


FIG. 3.12: Mise en place de la base de donnée. 1) Image tridimensionnelle initiale entre 2.5 et 7Go (2) Découpage d'un sous-volume et segmentation d'un type de particule  $Al_x(Fe,Mn)$  (3) Extraction d'une particule 3D.

#### 3.3.1 Région d'intérêt et découpage en sous volume d'étude

L'image tridimensionnelle obtenue figure 3.2 correspond à l'acquisition de l'échantillon de AA5182 centré dans le champ d'investigation du capteur. Une partie de l'image peut être coupée puisqu'elle ne fournit pas d'information sur le matériau. Ainsi, une région d'intérêt est déterminée de manière à ce que l'image obtenue contiennent uniquement des données sur l'alliage d'aluminium étudié (figure 3.13).

Les échantillons de matériau usinés par les doctorants de l'École Nationale des Mines de Saint-Étienne (Matthieu Feuerstein et Antoine Baldacci) ne sont pas parfaitement parallélépipédiques étant donné leurs faibles dimensions ( $1 \times 1 \times 10 mm^3$ ). Au cours de l'acquisition de l'image, l'axe de l'échantillon ne peut donc pas être placé suivant l'axe de rotation de la plateforme tournante du dispositif expérimental. La ROI choisie doit donc être convenablement extraite sur l'ensemble de la pile d'images.

La ROI permet donc de réduire la taille de l'image. Le tableau 3.2 présente les dimensions des régions extraites sur les échantillons étudiés. Ces échantillons correspondent à différentes étapes du début du processus de laminage à chaud, de 2% à 123,5% de déformation.

Ces images de dimensions encore trop importantes pour être analysées directement sont découpées en sous volumes d'étude par une routine écrite en C++.

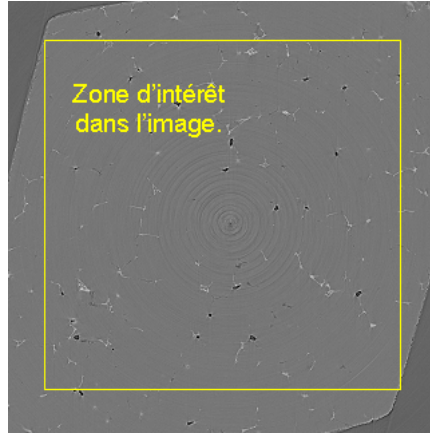


FIG. 3.13: Extraction d'une région d'intérêt sur une coupe du matériau AA5182 déformé à 2%.

### 3.3.2 Extraction des particules

La segmentation multi classes est appliquée à chaque sous volume de l'image à niveaux de gris découpé. Nous obtenons pour chaque sous volume trois images binaires qui correspondent chacune à la segmentation d'un type de particules ( $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , ou cavités). Les particules sont alors étiquetées, c'est à dire que chacune est identifiée par un label, un voisinage de type V6 étant utilisé (voir figure 3.6). Une boîte englobante dont les côtés sont parallèles à ceux de l'image de départ est attribuée à chaque particule, qui est extraite dans un fichier. Le fichier de particules créé est de type ".tks". C'est un type de données interne au logiciel Aphelion©. Il contient l'information sur la particule codée en format bitmap, ainsi que le volume et la position de la particule dans l'image dont elle est extraite (LLX,LLY,LLZ). Nous avons ajouté à ces informations la position du sous-volume ( $d_x, d_y, d_z$ ) duquel sont extraites les particules dans l'image de départ (figure 3.12).

Deux types de fichier sont créés par image binaire. Le premier contient les particules entières. Le second contient les particules qui touchent les bords du sous volume. Un algorithme a donc été mis au point dans le but de reconstituer les particules intersectées par plusieurs sous-volumes. Nous le présentons dans le paragraphe suivant.

### 3.3.3 Problèmes de bords

Les particules qui intersectent les sous volumes sont nombreuses. Elles représentent pour les particules de la phase au fer 37% de la population

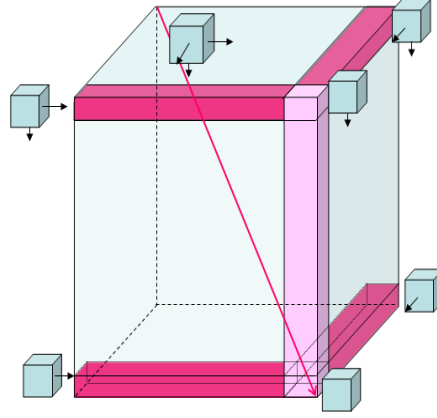


FIG. 3.14: Algorithme de reconstruction des particules qui touchent les bords, la flèche rose indique les sens de reconstruction des sous volumes, sur les cubes sont représentées par des flèches noires les faces des sous volumes étudiées, les bandes roses correspondent aux cas particuliers.

totale des échantillons déformés à 2, 10, et 20%, et 17% des échantillons déformés à 80 et 123,5%. Un algorithme de reconstruction utilisant une table d'équivalence a donc été mis au point. La table d'équivalence est initialisée en prenant l'étiquette de chaque élément.

L'algorithme est divisé en deux étapes indépendantes :

- identification des bouts de particules qui appartiennent à un même objet (défini par un voisinage 6) ; ces particules se voient attribuer la même étiquette qui correspond à l'étiquette la plus petite,
- reconstruction de chaque objet et création d'un nouveau fichier *.tks* de particules entières.

La figure 3.14 présente la première partie de l'algorithme. Les cubes correspondent aux sous volumes, et les flèches aux faces sur lesquelles les relations d'adjacences sont étudiées. Le cas général correspond au sous volume situé au coin supérieur gauche de l'image, les faces avant, droite et de dessous sont étudiées. Chaque face est parcourue. Dès qu'un voxel non égal à zéro est rencontré, on regarde dans le sous volume adjacent si un voxel non égal à zéro se trouve dans le voisinage 6. Si c'est le cas, la table d'équivalence est mise à jour. Sinon on continue. Lorsque les 3 faces ont été balayées, le sous volume adjacent dans le sens de lecture de l'image est parcouru (le sens de lecture correspond à la flèche dessinée en rose sur la figure 3.14). Six cas particuliers sont définis. Ils correspondent aux bords de l'image et les faces étudiées du sous volume correspondant sont indiquées sur la figure par des flèches.

Sous-Volume	Déformation	taille de l'image	nombre de particules de la phase au fer
0.7 1B	2%	1035x1035x1725	4502
5B	10%	1280x1280x2048	4921
8B	19%	1252x1114x1920	3018
12B	82%	1024x1024x2048	13279
13B	123,5%	1310x1104x1624	17897

TAB. 3.2: Ce tableau présente les échantillons d'alliages d'aluminium étudiés

### Résultats obtenus

Le tableau 3.2 présente, les échantillons d'alliages d'aluminium étudiés. Les noms génériques correspondants aux états de déformations sont donnés dans la colonne sous volume. Les dimensions de la zones d'intérêts extraites figurent dans la colonne taille de l'image. Le nombre de particules de la phase au fer extraites dans les bases de données pour chaque état de déformation est précisé.

## 3.4 Bilan

La segmentation multi classes mise au point est efficace dans le cas de l'étude des images obtenues à l'ESRF par la méthode de microtomographie aux rayons X des particules intermétalliques dispersées dans une matrice d'aluminium.

Le découpage des images en sous volumes de la région d'intérêt permet de traiter les images obtenues sur un ordinateur standard de bureau. Il permet également d'accélérer les traitements de segmentation.

En outre, la reconstruction des particules segmentées qui touchent les bords, permet d'obtenir une population de particules entières identiques à celle obtenue sur l'image de la ROI de départ. Le découpage en sous volume n'a donc pas d'incidence pour les mesures sur les populations d'intermétalliques qui seront introduites dans la suite de l'étude. Les fichiers tks qui sont créés permettent de reconstruire l'image binaire de la ROI entière pour chaque type d'intermétalliques, en conservant l'information sous une forme compressée sans perte. De plus, lors de l'étude morphologique des intermétalliques, chaque particule peut être reconstruite et étudiée indépendamment, permettant ainsi d'augmenter la rapidité des calculs. Il est également possible de créer à partir du fichier tks global de départ, des fichiers particuliers

correspondant à une classification des particules. Par exemple, on peut créer des fichiers triés selon le volume ou la forme des objets.



# Chapitre 4

## Analyse globale de la population des particules

L'analyse des distributions volumiques des particules dans l'épaisseur de la tôle est fondamentale pour appréhender sa microstructure et donc, comprendre son comportement au cours du processus de laminage utilisé pour obtenir à partir du lingot initial qui correspond à l'état brut de coulée, une feuille de métal utilisable pour l'emboutissage de pièces industrielles.

Ce chapitre est divisé en quatre sections. Nous proposons d'abord, trois techniques d'analyse de la distribution des particules basées sur des méthodes différentes et apportant chacune des informations complémentaires. La première s'intéresse à la distribution des distances aux intermétalliques dans le volume de la matrice d'aluminium composant l'alliage. La seconde présente l'étude du moment de l'image basée sur la méthode de l'érosion linéaire. La dernière est basée sur la mesure de la covariance de l'image.

À partir des résultats obtenus, nous avons construit un modèle probabiliste qui permet de simuler la microstructure de l'alliage après solidification. Ce modèle permet de générer des populations de particules présentant des fluctuations de morphologies observées dans AA5182 et ainsi d'explorer de façon numérique les variations de morphologie possible. Ce modèle est de type schéma booléen. Il est paramétré à partir de la covariance des intermétalliques mesurée directement sur les images du matériau réel.

### 4.1 Etude de l'histogramme des distances

La transformation d'une image binaire en une image représentant la distance entre les voxels égaux à un et ceux à zéros les plus proches est souvent utilisée en analyse d'images et apparaît avec les travaux de G.Matheron en



1967 [58], puis les travaux de A.Rosenfeld et J.L.Pfaltz en 1968 [81].

Elle permet en prenant la fonction distance dans les objets de définir la notion de squelette, chapitre 11 de l'ouvrage édité par J.Serra [61]. Elle sert également au calcul des zones d'influence des objets en mesurant la fonction distance dans la matrice [84]. Les applications sont nombreuses, par exemple la segmentation [10], l'estimation de la fraction volumique locale [72]. L'histogramme des distances permet quant à lui d'obtenir de l'information sur la distribution d'objets dans un volume [45] (voir définition de l'histogramme en annexe D).

L'étude du graphe des distances obtenu à partir de l'image binaire composée des particules intermétalliques de la phase au fer ( $\text{Al}_x(\text{Fe},\text{Mn})$ ) dispersées dans la matrice d'aluminium va nous renseigner sur la distance moyenne entre les particules, la présence d'échelles d'inclusion (du par exemple à la formation d'amas), etc...

Nous définissons tout d'abord la notion de métrique ainsi que la fonction distance dans le cadre de la morphologie mathématique. Ensuite, nous montrons la mise en oeuvre de la mesure du graphe des distances sur les images binaires tridimensionnelles de AA5182. Enfin, nous discutons des résultats obtenus sur le matériau à trois états de déformation (10%, 82%, et 123,5%).

### 4.1.1 Définition

Une métrique  $d$  définie sur un espace  $E$  est une fonction positive qui associe une valeur numérique à tout point  $a_1$  et  $a_2$  de l'espace. Une métrique répond aux trois axiomes suivants :

- $d(a_1, a_2) \geq 0$  et  $d(a_1, a_2) = 0 \Leftrightarrow a_1 = a_2$
- $d(a_1, a_2) = d(a_2, a_1)$
- $d(a_1, a_2) \leq d(a_1, a_3) + d(a_3, a_2)$

Il existe différents types de distances discrètes vérifiant les axiomes d'une métrique. Dans le cas de l'étude du graphe des distances nous présentons trois types de distances fréquemment utilisés (figure 4.1) : la distance euclidienne, la distance  $d_6$  ou city block, et la distance  $d_{26}$  ou chess board [81] [12] [13] [85].

#### La distance euclidienne

La distance euclidienne  $d_e$  entre deux points  $a_1(x_1, y_1, z_1)$  et  $a_2(x_2, y_2, z_2)$  de l'espace  $E$  est définie par l'équation 4.1, la mesure est effectuée comme si les deux points se trouvaient dans l'espace euclidien  $\mathbb{R}^3$ . Les relations de voisinages entre les points du fond ou de l'objet ne sont pas pris en compte. En pratique la distance euclidienne est arrondie pour des questions de gestion

4	3	2	3	4	2	2	2	2	2	$\sqrt{8}$	$\sqrt{5}$	2	$\sqrt{5}$	$\sqrt{8}$
3	2	1	2	3	2	1	1	1	2	$\sqrt{5}$	$\sqrt{2}$	1	$\sqrt{2}$	$\sqrt{5}$
2	1	0	1	2	2	1	0	1	2	2	1	0	1	2
3	2	1	2	3	2	1	1	1	2	$\sqrt{5}$	$\sqrt{2}$	1	$\sqrt{2}$	$\sqrt{5}$
4	3	2	3	4	2	2	2	2	2	$\sqrt{8}$	$\sqrt{5}$	2	$\sqrt{5}$	$\sqrt{8}$

FIG. 4.1: Métrique des distances à deux dimensions (de gauche à droite) : distance city block (d4), chess board (d8), euclidienne. Ces masques illustrent la distance assignée au voisinage du pixel central pour les trois métriques.

de place mémoire [81] [23] [21] [62]. La fonction distance arrondie à la valeur entière la plus proche est une semi-métrique. Elle ne satisfait plus en effet le 3<sup>eme</sup> axiome représentant l'inégalité triangulaire.

$$d_e[(x_1, y_1, z_1), (x_2, y_2, z_2)] = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 + (z_2 - z_1)^2} \quad (4.1)$$

### La distance city block

La distance  $d_6$  entre 2 points  $a_1(x_1, y_1, z_1)$  et  $a_2(x_2, y_2, z_2)$  de l'espace E est définie par l'équation 4.2. C'est une extension tridimensionnelle de la distance  $d_4$  [66] (figure 4.1).

$$d_6[(x_1, y_1, z_1), (x_2, y_2, z_2)] = |x_2 - x_1| + |y_2 - y_1| + |z_2 - z_1| \quad (4.2)$$

### La distance chessboard

La distance  $d_{26}$  entre 2 points  $a_1(x_1, y_1, z_1)$  et  $a_2(x_2, y_2, z_2)$  de l'espace E est définie par l'équation 4.3. C'est une extension tridimensionnelle de la distance  $d_8$  (figure 4.1).

$$d_{26}[(x_1, y_1, z_1), (x_2, y_2, z_2)] = \max\{|x_2 - x_1|, |y_2 - y_1|, |z_2 - z_1|\} \quad (4.3)$$

### La fonction distance

La fonction distance D d'une image binaire I associe à chaque voxel  $x$  de l'image dont la valeur est égale à un, la distance au voxel  $y$  le plus proche dont la valeur est égale à zéro. Elle est définie par l'équation 4.4.

$$[D(I)](x) = \min\{d(x, y) | I(y) = 0\} \quad (4.4)$$

L'histogramme des distances est obtenu en calculant l'histogramme de la fonction des distances de l'image binaire.

#### 4.1.2 Mise en oeuvre

Le calcul de l'histogramme des distances a été réalisé avec le logiciel Morphée© du Centre de Morphologie Mathématique de l'École Supérieure des Mines de Paris. Les particules intermétalliques étudiées sont les phases au fer de type  $Al_x(Fe,Mn)$ .

Les différentes distances présentées dans le paragraphe précédent sont implémentées sur Morphée© [26]. Néanmoins, compte tenu de la taille des images à analyser, la métrique qui a été retenue est la distance  $d_6$ . En effet, la mesure de la distance euclidienne exacte serait trop coûteuse en temps de calcul, mais également en espace mémoire puisque la taille des images serait multipliée d'un facteur  $4^3$ . La distance  $d_6$  présente une meilleure approximation de la distance euclidienne que la distance  $d_8$ , tout en présentant des temps de calcul raisonnables.

En chaque voxel de l'image, la fonction distance de type  $d_6$  est mesurée. Nous calculons ensuite l'histogramme de l'image obtenue (temps d'exécution  $2h$  pour une image  $1280 \times 1280 \times 1280$  sur une station de calcul de type bi processeur). Ainsi nous comptabilisons pour chaque plage de distance le nombre de voxels de l'image correspondant.

Pour comparer le résultat des histogrammes des distances correspondant à l'étude de différents échantillons, nous divisons les résultats obtenus par le nombre de voxels de l'image entière. Nous obtenons ainsi une unité constante correspondant aux fractions volumiques de l'image.

#### 4.1.3 Résultats

Nous avons mesuré l'histogramme des distances correspondant à la distribution des distances d'un point quelconque de la matrice aux particules intermétalliques de type  $Al_x(Fe,Mn)$ . L'étude a été réalisée pour trois taux de déformation différents de l'alliage au cours du procédé industriel de laminage à chaud 10%, 82% et 123,5 %.

L'histogramme des distances obtenu (figure 4.2) présente en abscisse la distance en voxel séparant un voxel de la matrice du voxel appartenant à la phase des intermétalliques de type  $Al_x(Fe,Mn)$  le plus proche ( $1voxel = 0,7\mu m$ ). En ordonnée, la fréquence des voxels appartenant à chaque classe de distance est reportée.

Sur la figure 4.2, l'origine du graphe correspond aux voxels dont la valeur de la fonction distance est restée à zéro, c'est à dire les voxels appartenant à

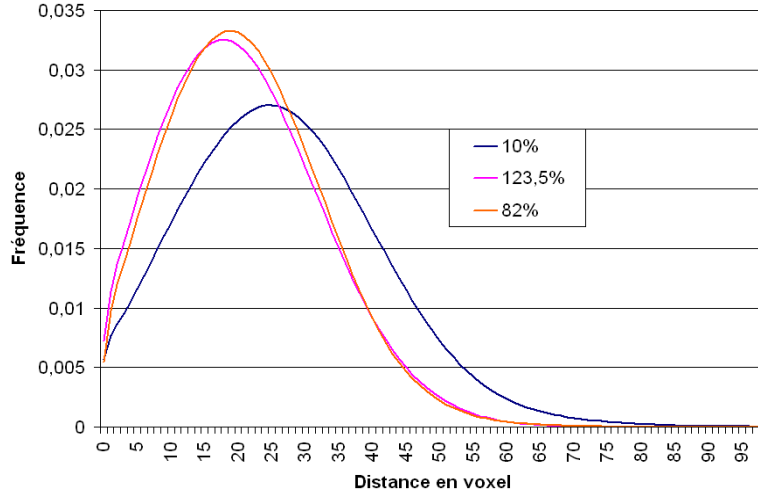


FIG. 4.2: Histogramme des distances aux particules de la phase au fer dans la matrice pour trois états de déformation au cours du laminage industriel 10%, 82% et 123,5%.

la population de la phase au fer. La valeur prise par le graphe des distances à l'origine est donc égale à la fraction volumique des intermétalliques de type  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$ . Pour les matériaux déformés à 10% et 82% elle est égale à 0,5% tandis que celle du matériau déformé à 123,5% est égale à 0,7%.

Le pic maximum de chaque courbe correspond à la distance caractéristique entre les intermétalliques de la phase au fer dans l'alliage. Les pics secondaires correspondent à une autre échelle qui représente la distance caractéristique entre les particules dans des amas par exemple.

Nous remarquons sur la figure 4.2 que le maximum de l'histogramme des distances pour chaque état de déformation se déplace de la droite vers la gauche. La distance caractéristique entre les particules diminue donc au cours du processus de laminage à chaud. Elle est égale à 48 voxels soit  $33,6\mu\text{m}$  pour le matériau déformé à 10%, 38 voxels soit  $26,6\mu\text{m}$  pour le 82% et 36 voxels soit  $25,2\mu\text{m}$  pour le 123,5 %. Nous observons également un resserrement autour du maximum de la courbe traduisant le processus de fragmentation des particules

### 4.1.4 Conclusion

Au cours du processus industriel de laminage à chaud, la distance caractéristique entre les particules intermétalliques de type  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$  diminue

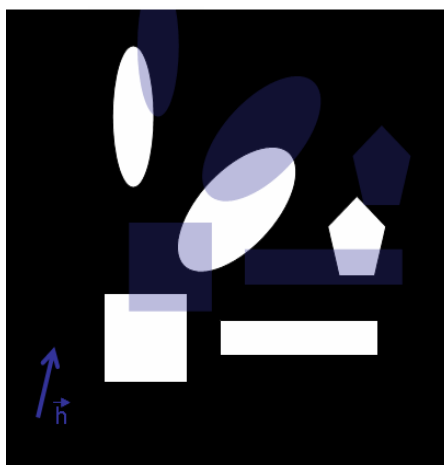


FIG. 4.3: Illustration du calcul de la covariance dans la direction  $\vec{h}$ , en bleu clair intersection entre l'image translaté et l'image de départ

passant de  $33,6\mu m$  à  $25,2\mu m$ . Le processus de fragmentation des particules au cours du laminage se traduit par le déplacement du pic de l'histogramme des distances vers des valeurs très faibles, ainsi que par un resserement autour du pic de la courbe.

## 4.2 Etude de la covariance

L'analyse de la covariance d'une image binaire correspondant à un matériau biphasé rend compte de la dispersion volumique des phases ou des particules dans le matériau. Elle est souvent utilisée dans la pratique pour déterminer l'isotropie ou l'anisotropie d'un matériau comme dans l'étude sur la dispersion d'inclusions dans les aciers [34], l'étude de la rose des directions pour extraire les directions privilégiés dans un matériau pages 71-73 [85] ou encore pour la caractérisation de texture en vu d'une modélisation par des modèles aléatoires [4] [44].

### 4.2.1 Présentation générale de la méthode

La covariance correspond en analyse d'images à l'étude de la corrélation de l'image, avec elle même déplacée d'un certain pas dans une direction  $\alpha$  de l'espace donnée [42] [18] [43] [47] [85] [45]. Considérons un ensemble  $A$  appartenant à l'image. La covariance de cet ensemble au pas  $h$ , notée  $C(h_\alpha)$

est définie comme la probabilité pour que cet ensemble  $A$  translaté d'un vecteur  $\vec{h}$  intersecte l'ensemble  $A$  de départ (équation 4.5).

En analyse d'images, la covariance présente de nombreux intérêts. Elle permet de détecter l'anisotropie et la périodicité de l'agencement des objets d'une image dans la direction considérée. En outre, la covariance permet de contrôler l'échantillonnage. Enfin, elle donne des renseignements sur la microstructure de l'échantillon dont est extraite l'image (fraction volumique, longueur caractéristique).

$$C(h_\alpha) = P \left\{ x \in A \cap A_{-\vec{h}_\alpha} \right\} \quad (4.5)$$

### 4.2.2 Mise en oeuvre

La mesure de la covariance a été implémentée avec le logiciel Aphelion©. Les particules intermétalliques étudiées de l'alliage d'aluminium 5182 sont les phases au fer de type  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$ .

Compte tenu de la nature tridimensionnelle des images, la covariance doit être calculée dans toutes les directions possibles de l'espace ( $\alpha \in [0, 4\pi]$ ). La mesure de la covariance d'une image binaire tridimensionnelle  $I$  est accessible à partir de la transformée de Fourier (équation 4.6).

$$C(I) = TF^{-1} \{ |TF \{I\}|^2 \} \quad (4.6)$$

Toutefois le volume des images étant important, il est difficile d'utiliser cette méthode de calcul. En effet la transformée de Fourier nous renvoie pour une image binaire codée sur 8 bits, une image complexe codée sur 32 bits. La taille en mémoire nécessaire au stockage des données intermédiaires est donc considérable. En effet, si on parallélise l'algorithme pour diminuer le temps de calcul, on obtient une image complexe de 32 bits pour chaque direction  $x$ ,  $y$ , et  $z$  de l'image (de l'ordre de  $3 \times 16Go$  pour une image de  $2Go$  traitée). La taille en mémoire des images intermédiaires obtenues après transformation rapide de Fourier à trois dimensions est 8 fois supérieure à la taille de l'image binaire initiale.

En nous basant sur le fait que les images étudiées correspondent au début du processus de laminage à chaud, nous supposons que les particules sont réparties de façon quasi isotrope dans l'espace. Aussi, la covariance est estimée par calcul direct de l'équation 4.5 sur l'image binaire selon les 3 axes orthonormés de l'image  $(x, y, z)$ . Ils correspondent également aux axes du laminage respectivement  $\vec{DL}$ ,  $\vec{DN}$ ,  $\vec{DT}$ .

Selon chaque axe nous translatons l'image d'un pas  $h$ , puis nous mesurons le volume de l'intersection de l'image translatée avec l'image de départ (voir

illustration figure 4.3).

Nous calculons la covariance de l'image par un vecteur  $\vec{h}_\alpha$  de taille croissante sur un sous ensemble de l'image de départ. Ce sous ensemble correspond à l'image érodée par un doublet de points  $\{x, x + \vec{h}_\alpha\}$  de taille maximale appliquée  $\vec{h}_\alpha$  égal à la moitié de la dimension de l'image dans la direction  $\alpha$ .

### 4.2.3 Résultats

Dans cette section, nous analysons les résultats de la covariance selon les axes  $x$ ,  $y$ , et  $z$  de l'image pour l'analyse des particules intermétalliques de la phase au fer contenues dans AA5182 déformé à 10, 82 et 123,5 %.

La covariance obtenue figure 4.4, montre que la distribution des intermétalliques dans le volume du matériau est pratiquement isotrope à l'état 10% de déformation. Les particules ne présentent donc pas d'orientation privilégiée dans l'espace. En effet, nous constatons que les mesures effectuées selon chacun des axes  $xyz$  de l'image présentent des valeurs quasiment identiques, quelque soit le pas de translation.

La covariance obtenue pour les déformations plus avancées du laminage à chaud 82% et 123,5% montre que la distribution des phases au fer dans la tôle n'est plus isotrope. En effet sur les figures 4.5 et 4.6, nous observons que la mesure de la covariance diffère légèrement en fonction de l'orientation selon laquelle elle est mesurée. La mesure de la covariance selon l'axe  $z$  au cours du laminage (figure 4.9), montre que la portée augmente avec le taux de déformation. Inversement, la portée selon l'axe  $y$  diminue (figure 4.8).

La mesure de la covariance à l'origine correspond à la fraction volumique  $V_v$  de la phase au fer dans l'alliage d'aluminium 5182, elle est égale à 0,55% pour le matériau déformé à 10% et à 82%, et à 0,70% pour le 123,5%. Cette mesure permet également d'estimer la portée qui correspond à l'échelle caractéristique du matériau. Elle est obtenue lorsque la covariance atteint son palier  $V_v^2$ , soit  $3,059.10^{-5}\%$  pour le matériau déformé à 10% et à 82% et  $5,0343.10^{-5}\%$  pour le matériau déformé à 123,5%.

Dans le cas du matériau déformé à 10% (figure 4.4), cette valeur est atteinte rapidement pour un pas de translation variant de  $52,5\mu m$ . Pour le matériau déformé à 82% (figure 4.5) et 123,5% (figure 4.6) l'estimation de la portée n'est plus isotrope. La portée varie en fonction de l'axe considéré :

	82%	123,5%
axe x	$72,1\mu m$	$79,8\mu m$
axe y	$60,9\mu m$	$51,1\mu m$
axe z	$74,2\mu m$	$167,3\mu m$

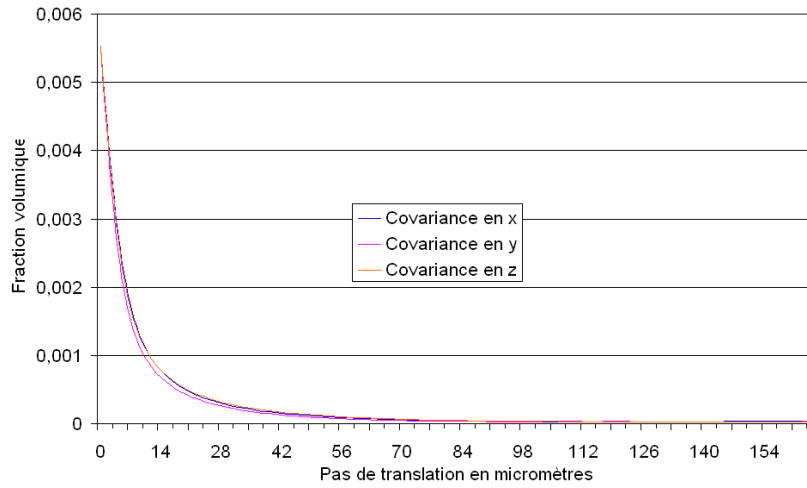


FIG. 4.4: Covariance des particules de type Al<sub>x</sub>(Fe,Mn) dans l'alliage d'aluminium 5182 à 10% de déformation dans les directions x y et z de l'image

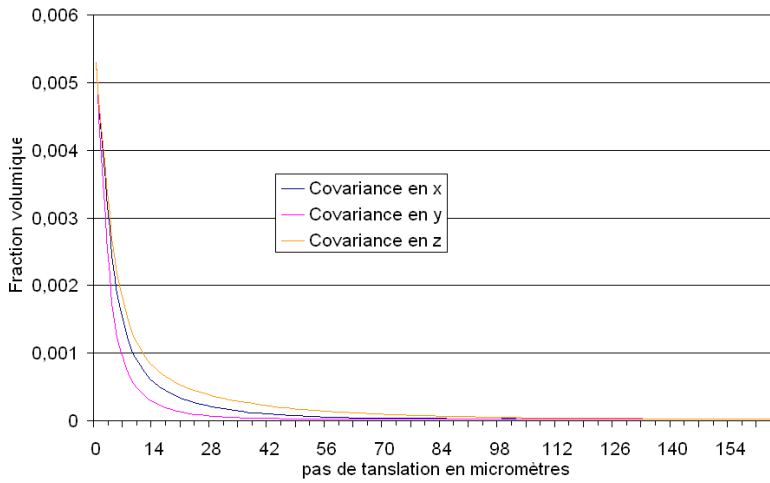


FIG. 4.5: Covariance des particules de type Al<sub>x</sub>(Fe,Mn) dans l'alliage d'aluminium 5182 à 82% de déformation dans les directions x y et z de l'image



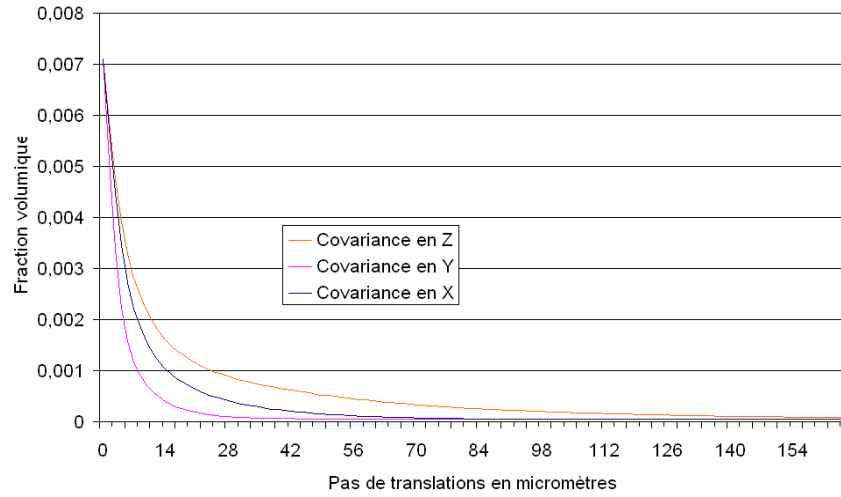


FIG. 4.6: Covariance des particules de type  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$  dans l'alliage d'aluminium 5182 à 123,5% de déformation dans les directions x y et z de l'image

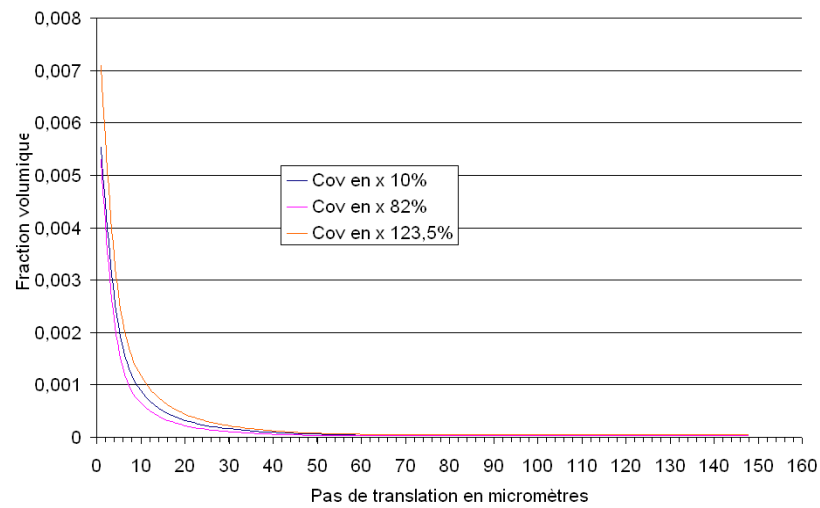


FIG. 4.7: Covariance des particules de type  $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn})$  dans l'alliage d'aluminium 5182 à 10%, 82% et 123,5% de déformation dans la directions x (direction de laminage).

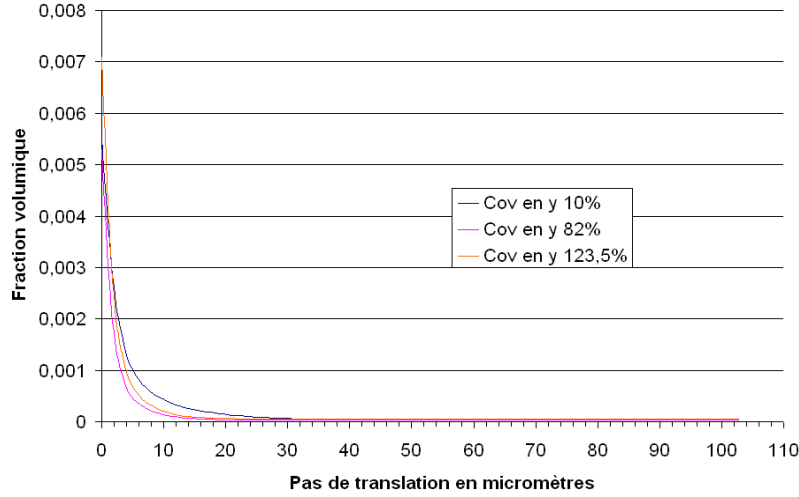


FIG. 4.8: Covariance des particules de type Al<sub>x</sub>(Fe,Mn) dans l'alliage d'aluminium 5182 à 10%, 82% et 123,5% de déformation dans la directions y (direction normale au laminage).

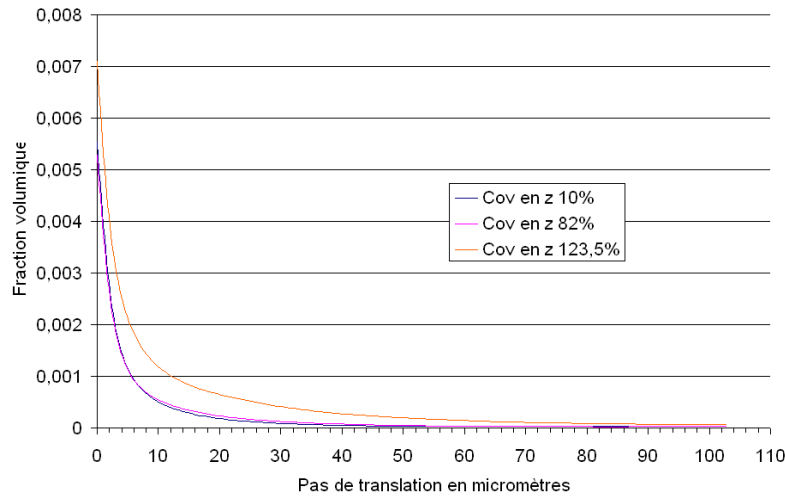


FIG. 4.9: Covariance des particules de type Al<sub>x</sub>(Fe,Mn) dans l'alliage d'aluminium 5182 à 10%, 82% et 123,5% de déformation dans la directions z (direction tangentielle au laminage).

## Conclusion

Le graphe de la covariance de l'alliage d'aluminium 5182 déformé à 10% montre qu'à cet état le matériau est isotrope. En effet la covariance est identique quelque soit l'axe de l'image sur lequel elle est calculée. En revanche, lorsque la déformation augmente, nous observons un écart entre les courbes mesurées selon les axes  $x$ ,  $y$  et  $z$ . Il indique que la distance caractéristique entre les particules dépend de la direction dans laquelle elle est mesurée. Ainsi la distance caractéristique augmente beaucoup avec le taux de déformation selon l'axe  $z$  (correspondant à la direction tangentielle au laminage, figure 4.9), augmente selon l'axe  $x$  (correspond à la direction du laminage, figure 4.7), et reste quasiment constante selon l'axe  $y$  (direction normale au laminage, figure 4.8).

## 4.3 Etude de l'érosion linéaire

La méthode de l'érosion linéaire est basée sur l'opération d'érosion morphologique (voir Annexe C) dont l'ouvrage de Serra de 1982 présente les fondement [58] [84]. Elle trouve de nombreuses applications en sciences des matériaux pour caractériser la distribution volumique des échantillons [42] [33]. Elle est ainsi utilisée pour étudier la répartition des objets dans une image de dimension quelconque, à partir des mesures de Lebesgue de la phase érodée par un élément structurant linéaire de taille croissante.

Nous présentons tout d'abord la méthode de l'érosion linéaire sa définition et ses propriétés. Puis, nous montrons sa mise en oeuvre dans le cas de l'étude des images tridimensionnelles binaires des particules de la phase au fer extraites à trois états de déformation (10, 82, et 123,5%).

### 4.3.1 Présentation générale de la méthode

La mesure de l'érosion linéaire est une mesure globale sur l'image binaire du matériau. Elle permet de déterminer la probabilité pour qu'un segment de longueur  $l$  soit compris dans la phase érodée. Elle contient donc une information de distance qui dépend de l'origine de l'élément structurant de type segment utilisé. Elle donne accès à une mesure spécifique l'étoile qui correspond au volume moyen des domaines visibles d'un point quelconque appartenant à la matrice.

### Érosion linéaire

On appelle érosion linéaire ou moment de  $X$  et on note  $P(\vec{l})$ , la mesure de Lebesgue de l'ensemble  $X$  érodé par un élément structurant  $l$  de type segment défini par sa longueur  $l$ , sa direction  $\alpha$  et son origine [58] [42] [84] [18](figure C.1). Le moment  $P(\vec{l})$  est exprimé par l'équation 4.7.

Dans le cas des études tridimensionnelles la mesure de Lebesgue de  $X$  correspond au volume de l'ensemble  $X$ . La valeur du moment de  $X$  à l'origine est égal à la fraction volumique de la phase étudiée (équation 4.8).

$$P(\vec{l}) = P_\alpha(l) = P_{\alpha+\pi}(l) = P\{x \in X \ominus l\} \quad (4.7)$$

$$P_\alpha(0) = P\{x \in X\} \quad (4.8)$$

### L'étoile

La fonction  $P(l)$  permet d'atteindre une autre grandeur caractéristique d'un matériau l'étoile [42] [33] [18] [58] [84]. Pour un milieu biphasé, c'est à dire constitué dans le cas de notre étude de particules de phase au fer et de la matrice d'aluminium, l'étoile est définie comme le volume moyen de l'ensemble vu par un point quelconque appartenant à la phase érodée dans la direction  $\alpha$  de l'érosion linéaire. L'étoile  $St_\alpha(X)$  est estimée par l'équation 4.9.  $V_v$  représente la fraction volumique dans le matériau de la phase érodée.

$$St_\alpha(X) = \frac{\int p_\alpha(l)dl}{Mes[X]} = \frac{\int p_\alpha(l)dl}{V_v} \quad (4.9)$$

Dans  $\mathbb{R}^3$ , en supposant le milieu comme isotrope, l'étoile moyenne de dimension trois est donnée par l'équation 4.10.

$$St_3(X) = 4\pi \cdot \frac{\int_0^\infty l^2 \cdot p_\alpha(l)dl}{V_v} \quad (4.10)$$

#### 4.3.2 Mise en oeuvre

Le calcul du moment de l'image a été implémenté avec le logiciel Aphelion©.

Compte tenu de la taille des images, les opérations d'érosion sont effectuées sur des tranches successives de l'image. Nous présentons les étapes de l'algorithme pour chaque tranche d'image :

- Étape 1 : nous érodons tout d'abord l'image binaire initiale  $I_1$  par un élément structurant de type segment de module égal à 1, de direction

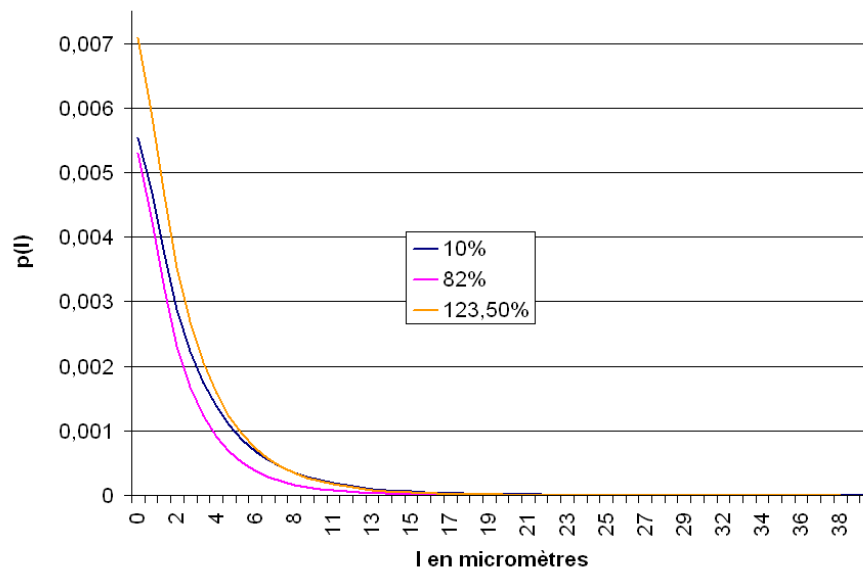


FIG. 4.10: Résultat de l'érosion linéaire  $p(l)$  par un segment de taille constante dans la direction de laminage pour AA5182 déformé à 10 %, 82 % et 123,5 %.

l'axe des  $x$  de l'image et d'origine son extrémité gauche (figure C.1), nous obtenons l'image  $I_2$ . Nous mesurons le volume de la phase érodée dans le champ du masque de mesure (figure C.2) correspondant à l'image érodée par l'élément structurant de taille égale au pas de l'érosion maximale (Pour l'érosion de la matrice nous prenons la dimension de l'image selon la direction  $x$  divisée d'un facteur 2, pour l'érosion de la phase au fer le pas maximal de l'érosion est égal à 100).

- Étape 2 : nous érodons l'image  $I_2$  par l'élément structurant de type segment de module égal à 1 et nous obtenons  $I_3$ , nous mesurons dans le masque de mesure le volume de la phase érodée. Nous copions l'image  $I_3$  dans l'image  $I_2$

Nous recommençons l'étape 2  $(n-1)$  fois,  $n$  étant le pas maximal de l'érosion à atteindre.

Pour chaque pas d'érosion nous additionnons les mesures du volume de la phase érodée de chaque tranche et obtenons le graphe du moment de l'image binaire tridimensionnelle dans le champ du masque de mesure. Afin de pouvoir comparer le moment des images binaires correspondant à différents états déformés, nous calculons  $p_\alpha(l)$ .

### 4.3.3 Résultats

Nous avons mesuré le graphe de l'érosion linéaire dans la direction de laminage (axe  $x$ ), en considérant que l'ensemble à éroder était les particules intermétalliques de la phase au fer. Nous présentons les résultats obtenus sur le graphe 4.10 pour les échantillons de l'alliage d'aluminium 5182 aux taux de déformation : 10%, 82% et 123,5%.

Nous remarquons que les graphes ont une allure exponentielle (équation 4.11). Il est donc possible d'effectuer une régression linéaire du logarithme népérien de la courbe mesurée  $G(l, a, b)$  (équation 4.12), de manière à trouver les coefficients  $a$  et  $b$ , et ainsi être en mesure de calculer algébriquement l'étoile moyenne des particules intermétalliques à chaque étape du laminage.

$$g(l, a, b) = b \exp(-al) = \exp(\ln b - al) \quad (4.11)$$

$$G(l, a, b) = \ln b - al \quad (4.12)$$

Le calcul de la régression linéaire de  $G(l, a, b)$  mesurée pour des érosions linéaires de taille croissante (figure 4.11), nous permet d'estimer à partir de l'équation 4.13 l'étoile de chaque état de déformation de l'alliage étudié. Pour le matériau déformé à 10% les coefficients estimés sont :  $a = 0,3040$

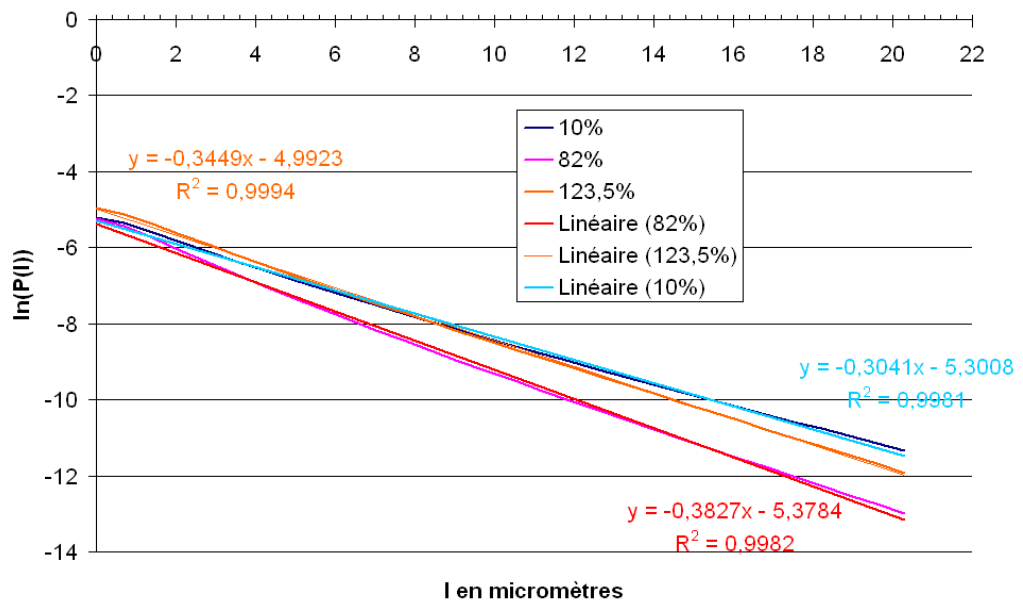


FIG. 4.11: Calcul de l'étoile par régression linéaire du moment normalisé pour les particules de la phase au fer contenues dans AA5182 déformé à 10 %, 82 % et 123,5 %.

$b = \exp(-5,378)$ ; pour le 82% :  $a = 0,3827$   $b = \exp(-5,378)$ ; pour le 123,5% :  $a = 0,3449$   $b = \exp(-4,9923)$ .

$$St(X) = \frac{8\pi b}{a^3 \cdot V_v} \quad (4.13)$$

L'étoile obtenue est donc égale à  $826,02 \mu m^3$  pour le 10%,  $391,11 \mu m^3$  pour le 82%, et  $586,17 \mu m^3$  pour le 123,5%. Cette mesure correspond pour la phase au fer, au volume moyen de la zone étoilée des particules dans la direction du laminage en considérant le milieu isotrope. La zone étoilée peut être interprétée physiquement comme le coeur des particules intermétalliques, c'est à dire une zone sur laquelle le laminage aura le moins d'impact.

Pour le matériau déformé à 10%, le volume de la zone étoilée est très faible comparé au volume moyen en volume des particules intermétalliques égal à  $5214 \mu m^3$ . Il représente 15,8 % en proportion du volume moyen des particules de la phase au fer, les particules ont des formes complexes éloignées d'un ensemble étoilé.

Le volume de la zone étoilée des particules augmente avec la déformation, il devient proportionnellement plus important; en effet le volume moyen de la zone étoilée représente 23,8 % du volume moyen (égal à  $1646 \mu m^3$ ) des particules du 82 %, et 22,5 % du volume moyen des particules du 123,5 % (égal à  $2607 \mu m^3$ ).

Les particules intermétalliques au cours du laminage industriel prennent en moyenne des formes de plus en plus proches de formes étoilées.

#### 4.3.4 Conclusion

La proportion du volume moyen de la zone étoilée par rapport au volume moyen des particules  $Al_x(Fe,Mn)$  augmente au cours du laminage industriel. Elle représente successivement 15 %, puis 23 % du volume moyen des particules de la phase au fer dans les alliages déformés à 10, 82 et 123,5 %. Au cours du laminage industriel, les particules intermétalliques prennent en moyenne des formes de plus en plus proches des formes étoilées. Ce résultat, bien qu'intéressant, est à pondérer par le fait que le volume mesuré de l'étoile tridimensionnelle de la phase au fer pour les états déformés est sur-évalué. Nous considérons en effet la distribution volumique des particules isotrope or ce n'est pas le cas pour les états déformés. En effet une anisotropie importante est mise en évidence par les mesures de covariance selon l'axe des x lorsque le matériau est déformé à 82 et 123,5 %.



## 4.4 Synthèse des résultats de l'analyse Globale

L'histogramme des distances nous permet de mettre en évidence que la distance caractéristique entre les particules diminue au cours du début du laminage à chaud. La fonction distance se déplace vers les faibles valeurs avec une concentration des valeurs autour du pic caractéristique.

La fonction covariance indique que pour le taux de déformation 10% la dispersion des particules intermétalliques dans l'alliage est isotrope. Pour des déformations plus importantes, la distance caractéristique tant pour la direction tangentielle que pour la direction du laminage augmente. L'évolution n'est pas nette dans la direction normale au laminage.

La forme exponentielle du graphe de l'érosion linéaire de l'image binaire des particules intermétalliques de la phase au fer, nous permet de dire que la modélisation du matériau à l'aide d'un modèle probabiliste de type schéma booléen à grains primaires convexes est possible.

## 4.5 Modélisation du matériau

Nous présentons dans cette section le travail prélimaire effectué dans l'objectif d'obtenir la modélisation de l'alliage d'aluminium 5182.

Dans le cas de la simulation numérique des alliages d'aluminium, nous souhaitons simuler la croissance des grains d'aluminium, et ainsi être capable de décrire la forme des particules intermétalliques qui se forment aux interstices laissés vacants par les grains d'aluminium au moment de la solidification de l'alliage. On pourra reproduire cette situation à l'aide d'un modèle probabiliste à grains primaires pour la matrice d'aluminium, les particules étant obtenues par l'ensemble complémentaire.

Cette section présente la construction d'un modèle probabiliste qui permet de simuler la morphologie de l'alliage et des particules intermétalliques en place après la solidification [77]. L'intérêt du modèle proposé est de pouvoir engendrer des images tridimensionnelles de particules présentant des fluctuations de formes analogues à celles observées par analyse d'images sur l'alliage d'aluminium 5182.

Nous présentons un rappel sur les modèles probabilistes de type schéma booléen. Nous définissons tout d'abord les modèles de type schéma booléen et énonçons leurs propriétés mathématiques. Ensuite, nous présentons le modèle utilisé et justifions son utilisation dans le cas de l'étude des alliages d'aluminium. Enfin nous le paramétrons à partir de la covariance des intermétalliques de la phase au fer mesurée directement sur les images du matériau réel.

L'échantillon qui est utilisé pour caler le modèle correspond au matériau AA5182 déformé à 10%. En effet, à cet état on considère que le matériau a subi peu de changement de sa microstructure et que les mesures effectuées sont égales à celles que l'on obtiendrait sur le matériau brut de coulée.

### 4.5.1 Rappel sur les modèles de structure aléatoire

Dans ce paragraphe nous présentons un rappel sur les modèles probabilistes de type schéma booléen, ainsi que des notions sur la théorie des ensembles aléatoires.

#### Le schéma booléen

**Définition** Un schéma booléen est un modèle très flexible issu de la théorie des ensembles aléatoires [58][59][60]. Il est utilisé principalement pour la simulation d'objets correspondant à une interprétation physique [42][43][44][45][84]. Il permet de décrire des structures biphasées telles que celles des alliages d'aluminium, contenant des particules intermétalliques dispersées dans une matrice d'aluminium. Il est obtenu par implantation de grains primaires aléatoires  $A'_{x_k}$  sur des points d'un processus de Poisson  $x_k$ , avec une intensité  $\theta_d$  (nombre moyen de grains par unité de volume). Le schéma booléen  $A$  correspond à l'ensemble fermé aléatoirement obtenu par la réunion des  $A'_{x_k}$  (équation 4.14). Il en résulte une proportion  $p$  de la phase  $A$ , et une proportion  $q = (1 - p)$  de son complémentaire.

$$A = \bigcup_{x_k} A'_{x_k} \quad (4.14)$$

**Propriétés** Un schéma booléen qui dépend uniquement de la densité de point  $\theta_d$  et de la loi de formation des grains, possède les propriétés suivantes :

- l'union de 2 schémas booléens indépendants est un schéma booléen
- le dilaté d'un schéma booléen par un compact fixe est un schéma booléen
- l'intersection d'un schéma booléen par un i-plan de dimension infini est un schéma booléen.

Un schéma booléen étant un ensemble aléatoire, il peut être entièrement définie par sa capacité de Choquet. Ainsi pour un compact  $K$ , la capacité de Choquet  $T(K)$  s'exprime par l'équation :

$$T(K) = 1 - Q(K) = P \{K \cap A \neq \emptyset\} = 1 - P \{K \subset A^c\} \quad (4.15)$$

On peut également écrire les fonctionnelles  $Q(K)$  comme la fraction volumique de l'érosion morphologique du complémentaire de la phase  $A$  par le

compact  $K$  (équation 4.16), et  $T(K)$  comme la fraction volumique  $V_v$  de la dilatation de la phase 1 par le compact  $K$  (équation 4.17), où  $\check{K}$  correspond à :  $\check{K} = \{-x, x \in K\}$ .

$$Q(K) = V_v(A^c \ominus \check{K}) \quad (4.16)$$

$$T(K) = V_v(A \oplus \check{K}) \quad (4.17)$$

Les équations 4.16 et 4.17, se rapportent à des notions mesurables par analyse d'image :

- si  $K$  correspond à un singleton  $x$  ( $x$  situé à l'origine des coordonnées ou en un point quelconque), alors le compact  $K$  se réduit à un point, et la capacité de Choquet  $T(x)$  correspond à la fraction volumique de l'ensemble aléatoire  $A$ .
- si  $K = \{x, x+h\}$ ,  $K$  est un bi-point, et  $Q(x, x+h)$  est la covariance du complémentaire  $A^c$  notée  $Q(h)$  d'équation :

$$Q(h) = Q(x, x+h) = P\{x \in A^c, x+h \in A^c\} \quad (4.18)$$

Pour le schéma booléen, la capacité de Choquet peut donc s'écrire suivant l'équation 4.19, où  $\mu_d$  est la mesure de Lebesgue dans  $\mathbb{R}^n$ , et  $\overline{\mu_d}$  sa moyenne sur l'ensemble des réalisations de  $A'$ .

$$T(K) = 1 - e^{-\theta_d \overline{\mu_d}(A' \oplus \check{K})} = 1 - q^{\frac{-\overline{\mu_d}(A' \oplus \check{K})}{\overline{\mu_d}(A')}} \quad (4.19)$$

La capacité de Choquet peut donc être facilement mesurable par analyse d'images de la phase complémentaire  $A^c$  de  $A$ .

**Covariance d'un schéma booléen de sphères** La covariance du complémentaire d'un schéma booléen de sphères  $Q(h)$  s'exprime par l'équation 4.20 [58] [59] [60] [61] [84] [43], où  $q$  représente la fraction volumique du complémentaire et  $\bar{r}(h)$  est le covariogramme géométrique.

$$Q(h) = q^{2-\bar{r}(h)} \quad (4.20)$$

### Les grains primaires aléatoires

La description de modèles correspondant à la simulation d'un processus physique, peut être réalisée en utilisant différents types de grains primaires  $A'$  en fonction de la phase à décrire. On pourra par exemple utiliser une population de sphères, des polyèdres de poissons, des sphéro-cylindres...

La forme géométrique des grains d'aluminium, de type dendritique, peut être approchée par une union de grains primaires de forme sphérique.

### Le covariogramme géométrique d'un schéma booléen de sphères

Le covariogramme géométrique  $K(h)$  d'un ensemble  $X$  correspond à la mesure de Lebesgue de l'intersection de  $X$  avec son translaté d'un vecteur  $\vec{h}$  (équation 4.21)[43]. Si  $h = 0$ , alors  $K(0)$  correspond à la mesure de Lebesgue de  $X$ .

Le covariogramme géométrique d'une population de sphères a pour expression l'équation 4.22, où  $f(x)$  correspond à la loi de densité de probabilité des diamètres des sphères. Le covariogramme normalisé est défini par l'équation 4.23.

$$K(h) = \mu_d(X \cap X_{-h}) = \mu_d(X \ominus h) \quad (4.21)$$

$$\overline{K(h)} = \frac{\pi}{6} \left( \int_h^\infty x^3 f(x) dx - \frac{3}{2} h \int_h^\infty x^2 f(x) dx + \frac{h^3}{2} \int_h^\infty f(x) dx \right) \quad (4.22)$$

$$\overline{r(h)} = \frac{K(h)}{K(0)} \quad (4.23)$$

**Définition du covariogramme pour différentes lois de distributions usuelles** Dans ce paragraphe nous présentons les covariogrammes géométriques obtenus à partir de lois de densité connues (figure 4.5.1), à partir de grains primaire aléatoires de forme sphérique. On choisit des densités de formes très différentes dépendant de un ou deux paramètres pour couvrir une gamme assez large de granulométrie de sphères (figure 4.5.1)

**Sphère de diamètre D** Le covariogramme géométrique obtenu pour une population de sphère de diamètres  $D$  est donné par l'équation suivante :

$$r(h, D) = 1 - \frac{3h}{2D} + \frac{1}{2} \left( \frac{h}{D} \right)^3 \text{ pour } 0 \leq h \leq D$$

**Loi gamma** Le covariogramme géométrique obtenu pour une population de sphères suivant une loi de distribution des diamètres gamma est :

$$\begin{aligned} \overline{r(h)} &= (1 - F(h, a + 3, b)) - \frac{3h}{2b} \frac{1}{a + 2} (1 - F(h, a + 2, b)) \\ &+ \frac{1}{2} \left( \frac{h}{b} \right)^3 \frac{1}{(a + 2)(a + 1)a} (1 - F(h, a, b)) \text{ pour } 0 \leq h \end{aligned}$$

$$\text{avec } F(x, a, b) = \frac{1}{b^a \Gamma(a)} \int_0^x u^{a-1} e^{-\frac{u}{b}} du \text{ et } f(x, a, b) = \frac{1}{b^a \Gamma(a)} x^{a-1} e^{-\frac{x}{b}}$$

**Loi exponentielle** Elle représente un cas particulier de la loi gamma pour laquelle  $a$  est égal à 1. Le covariogramme géométrique obtenu pour une population de sphères suivant une loi de distribution des diamètres exponentielle est :

$$\overline{r(h)} = \left(1 - \frac{h}{2D}\right) e^{-\frac{h}{D}} \text{ pour } 0 \leq h$$

## 4.5.2 Estimation des paramètres du modèle

### Érosion linéaire

L'érosion linéaire des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 nous permet de vérifier que le modèle de type schéma booléen est adapté pour décrire la microstructure de la matrice d'aluminium [58] [59] [60] [61] [84] [43] [46] [44].

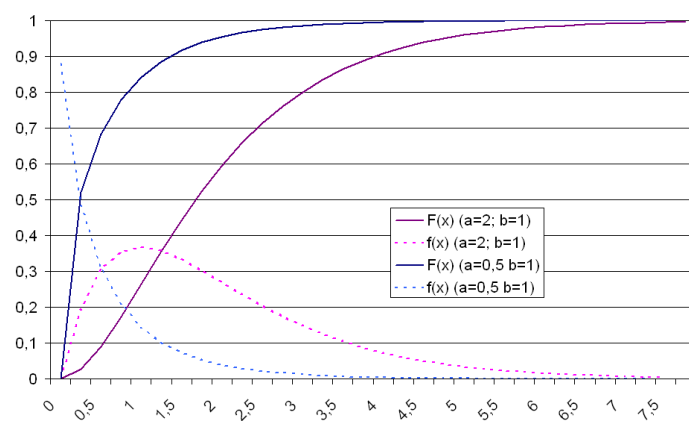
En effet pour un modèle de type schéma booléen l'érosion linéaire théorique du complémentaire de la matrice par un élément structurant de type segment de longueur  $l$ , est donnée par l'équation 4.24.

$$Q(l) = \exp(-\theta_d \overline{\mu_d}(A' \oplus \check{K})) = \exp(-\theta(K(0) - lK'(0))) \quad (4.24)$$

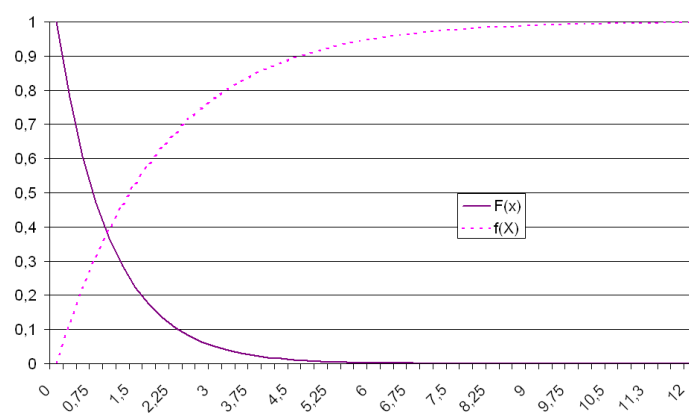
Dans le cas de l'érosion linéaire de AA5182 déformé à 10%, la courbe présente un aspect exponentiel (figure 4.10). En effectuant une régression linéaire sur le logarithme népérien de la courbe  $p(h)$  mesurée, nous pouvons trouver les paramètres de celle ci (voir paragraphe 4.3.3). Nous obtenons finalement pour l'équation 4.25 :  $q = b = 0,5\%$   $r'(0) = \frac{0,2129}{\exp(-5,088)} = 34,50$  voxels soit  $24,15\mu m$ .

$$Q(l) = q^{l-lr'(0)} = \exp((1 - lr'(0)) \cdot \ln q)$$

$$Q(l) = \exp\left(\ln q - \frac{r'(0)}{\ln q} l\right) \quad (4.25)$$



(a)



(b)

FIG. 4.12: Figures montrant les graphes des lois de distribution (a) loi gamma (b) loi exponentielle (pour  $\lambda=0.5$ )

Lois de densité des diamètres	Paramètres ajustés	écart relatif absolu
Population de sphères de diamètres $D$	$D=45$ soit $31,5\mu m$	$4,02 \cdot 10^{-5}$
Loi gamma	$a= 1,52$ ; $b= 11$ soit $7,7 \mu m$	$2,43 \cdot 10^{-5}$
Loi exponentielle	$b=11$ soit $7,7 \mu m$	$1,55 \cdot 10^{-5}$

TAB. 4.1: Paramètres retenus pour modéliser l’alliage d’aluminium 5182 du début du laminage à chaud

### Principe de la méthode

Nous comparons la covariance des phases au fer  $Al_x(Fe,Mn)$  mesurée sur l’image tridimensionnelle à la covariance théorique  $Q(h)$  obtenue pour le schéma booléen de sphères dont on fait varier la loi de densité des diamètres au moyen des lois présentées à la section 2-2. L’équation 4.20 est utilisée ;  $q$  représente dans le modèle la fraction volumique des phases au fer. La portée de la covariance des particules intermétalliques  $Al_x(Fe,Mn)$  correspond pour le modèle de type schéma booléen de sphères au diamètre maximal des grains d’aluminium à implanter.

### Calage des paramètres

Le covariogramme géométrique de la population de sphères dépend de différents paramètres, selon la loi de densité des diamètres utilisée. Pour chaque loi testée, les covariances sont approchées au mieux, en minimisant la moyenne des écarts relatifs absolus. Les paramètres obtenus par ajustement de la covariance du modèle à la covariance expérimentale sont donnés dans le tableau 4.1, et les covariances obtenues sont représentées sur la figure 4.13.

Dans le but d’approcher au mieux la fonction covariance mesurée, nous avons tout d’abord choisi de modéliser une population de sphères de diamètre  $D$ . Cette loi comporte un paramètre à faire varier. Cette loi ne permet pas d’approcher la fonction covariance de façon satisfaisante, elle ne reflète la courbe que pour des rayons de grains primaires importants. Le diamètre maximal des sphères du modèle est donné par la valeur atteinte par le pas de translation au niveau du palier de la covariance. Il est égal à 75 voxels soit  $52,5\mu m$ . Ainsi, pour la loi à une sphère, les valeurs du diamètre sont testées par dichotomie jusqu’à l’obtention du meilleur ajustement pour  $D = 45$  voxels.

Nous avons ensuite testé une loi de densité des diamètres de type exponentielle. Cette loi comporte comme la précédente un paramètre. Elle permet d’ajuster plus finement la covariance expérimentale pour les faibles diamètres

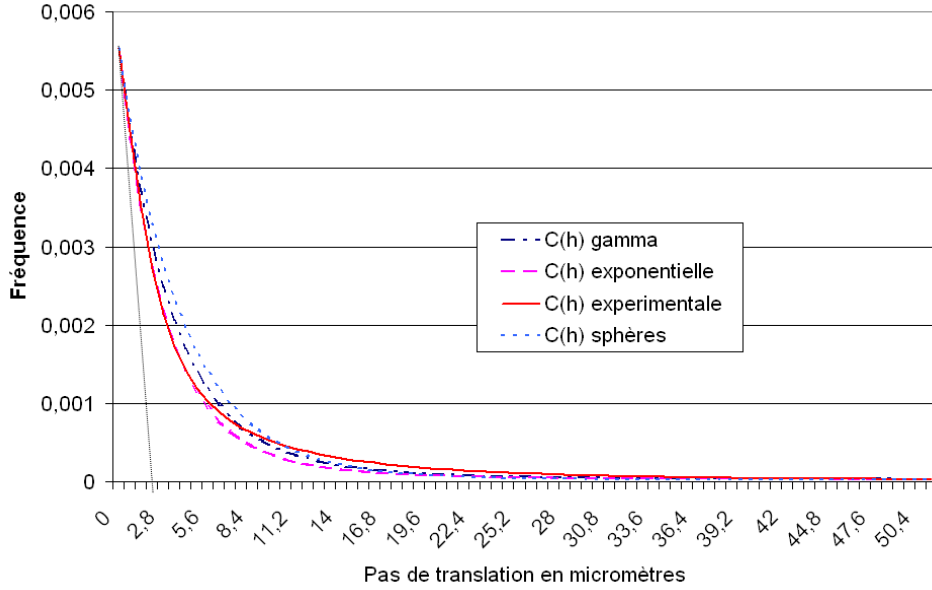


FIG. 4.13: Covariances expérimentale et théoriques : en rouge covariance expérimentale de la population des particules de types  $Al_x(Fe,Mn)$  dans AA5182 déformé à 10%, en bleu marine covariance théorique du complémentaire d'une population de sphères suivant une loi de distribution gamma, en rose suivant une loi de distribution exponentielle, en bleu pour une population de sphères.

des grains. Néanmoins, pour les diamètres importants la loi exponentielle ne permet pas d'ajuster le covariogramme géométrique à la covariance. Ainsi, Le paramètre ajustant le mieux la courbe du modèle à la covariance théorique est  $D = b = 1,52$ .

Enfin, nous utilisons une loi de densité des diamètres de type gamma. Cette loi comporte deux paramètres à faire varier. Elle permet d'ajuster le covariogramme de façon plus satisfaisante à la fonction covariance. Nous avons conservé la valeur de  $b$ , et modifié  $a$  de manière à ajuster au mieux la courbe.

## Résultats

La loi de densité des diamètres des grains primaires sphériques la mieux adaptée pour la description de l'alliage d'aluminium 5182 à partir d'un schéma booléen de sphères, est la loi gamma (de paramètres  $a=1,52$  et  $b=11$ ).

À partir de la loi paramétrée, des points sont tirés suivant un processus



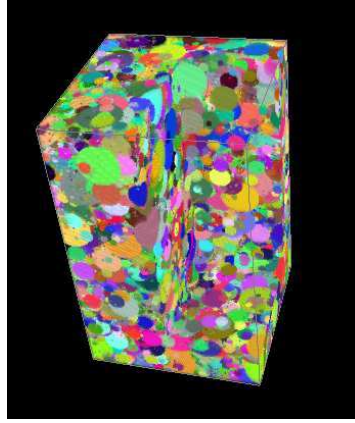


FIG. 4.14: Simulation tridimensionnelle d'un schéma booléen de sphères suivant une loi gamma de paramètres  $a=1,52$  et  $b=11$ , de fraction volumique 99,45%

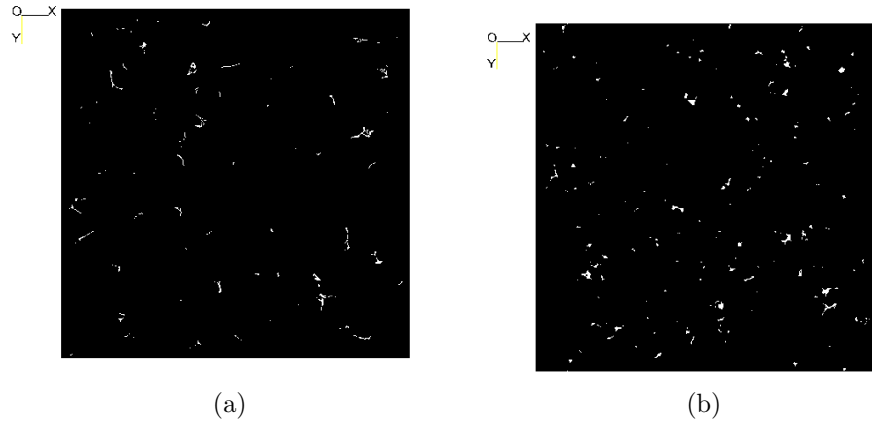


FIG. 4.15: Coupe de l'alliage d'aluminium 5182 montrant des particules de type  $Al_x(Fe,Mn)$ (a) , Coupe du matériau simulé (b)

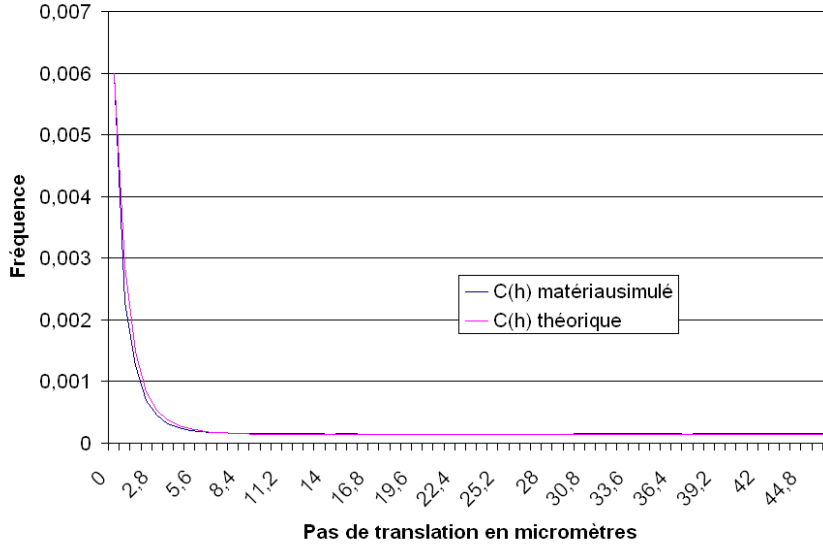


FIG. 4.16: Covariance du matériau simulé en comparaison à la covariance théorique obtenue par une loi gamma ( $b=11$  et  $a=1,7$ )

de Poisson dans un volume égal à celui de l'image, de façon à obtenir une fraction volumique égale à celle du complémentaire de la phase des intermétalliques. Le nombre de points à implanter est obtenu à partir de la fraction volumique des sphères, qui dépend de leur volume moyen calculé à partir du moment d'ordre 3 de la loi gamma (équation 4.26). Les sphères dont les diamètres suivent la loi de distribution ajustée sont implantées en chaque point du processus de Poisson avec une possibilité de recouvrement [43] [25] [68] [67] (figure 4.14).

$$V_{moyen} = \frac{4}{3}\pi b^3 a(a+1)(a+2) \quad (4.26)$$

La simulation de l'alliage d'aluminium est obtenue en prenant le complémentaire du schéma booléen simulé [77] (voir figure 4.5.2).

À chaque étape de la reconstruction, les particules sont étiquetées et extraites du sous-volume dans deux bases de données. La première contient les particules entières, la seconde contient les particules qui touchent les bords des plans successifs. Après une étape de reconstruction de ces particules, une base de données globale des particules simulées est créée. Pour chaque particule simulée il est alors possible d'effectuer une étude de leur forme par analyse de paramètres morphologiques caractéristiques (volume, surface, indice de formes, paramètres géodésiques, distribution de masse...) [74]. les

résultats de l'analyse statistique des mesures effectuées sur le matériau simulé en comparaison avec le matériau réel sont présentés au chapitre 6.

### **Validation du modèle : comparaison du matériau réel et du matériau simulé**

Sur la figure 4-15, nous montrons l'image d'une coupe du matériau simulé obtenue, ainsi qu'une coupe du matériau réel. Compte tenu de la taille de l'image à simuler ( $1280 \times 1280 \times 2048$ ), nous reconstruisons l'image par tranche.

La fraction volumique des particules contenues dans le matériau simulé est égale à 0,6%. Elle est donc plus importante que la fraction volumique des phases au fer mesurée dans l'alliage d'aluminium 5182 égale à 0,5%.

Le nombre de particules extraites dans le volume est égal à 4922 pour le matériau, et à 14800 pour la simulation. Cela est dû au fait que la matrice est simulée à partir d'une partie de la population des intermétalliques. Néanmoins, nous montrons sur la figure 4.16 que la covariance du matériau simulé correspond parfaitement à la covariance théorique obtenue à partir du covariogramme géométrique calé sur la covariance expérimentale, ce qui valide la simulation.

## **4.6 Conclusion**

L'analyse des distributions spatiales des particules intermétalliques de la phase au fer  $Al_x(Fe,Mn)$  contenues dans l'alliage d'aluminium 5182 nous a permis de constater une évolution de la répartition dans le volume de l'alliage au cours du début du laminage à chaud.

L'histogramme des distances nous montre que plus la déformation augmente plus la distance entre les intermétalliques diminue, mais met également en lumière le processus de fragmentation des particules au cours du laminage.

La mesure de la covariance nous a permis d'affiner nos conclusions sur la distance entre les particules. Elle montre en effet que la distance entre les intermétalliques dépend de l'axe selon laquelle elle est étudiée. Au début du laminage, la distribution des particules est isotrope. Lorsque la déformation augmente, la distance caractéristique entre les particules augmente selon les axes  $z$  et  $x$  de l'image, et reste quasiment constante selon l'axe  $y$ .

Le graphe de l'érosion linéaire réalisé sur les particules de la phase au fer, nous permet de constater que la proportion du volume moyen de la zone étoilée par rapport au volume moyen des particules intermétalliques augmente avec la déformation. Il permet également de justifier l'utilisation

d'un schéma booléen de sphères à grains primaires convexes pour modéliser l'alliage d'aluminium 5182.

La modélisation par un schéma booléen de sphères à partir d'une loi de répartition gamma, nous permet d'obtenir une simulation du matériau étudié. Au chapitre 6, nous réalisons une comparaison statistique de la population des paricules simulées à celle des particules de la phase au fer issues de AA5182 déformé à 10%.



## Chapitre 5

# Caractérisation de la forme tridimensionnelle complexe des particules

La caractérisation de la forme tridimensionnelle complexe des particules intermétalliques  $Al_x(Fe,Mn)$  contenues dans les alliages d'aluminium de type 5182 présente pour l'analyse des propriétés physiques du matériau final un grand intérêt. En effet, au cours des études réalisées à l'École des Mines de Saint-Étienne ainsi qu'au CRV ALCAN en amont de ce travail [5] [28], il a été montré que la forme des particules et leur aptitude à la rupture conditionnent la formabilité de l'alliage ainsi que son aspect de surface.

La caractérisation de la forme d'objets est une thématique très souvent abordée en analyse d'images. De nombreux ouvrages traitent le sujet de la caractérisation de formes bidimensionnelles simples à complexes comme le livre de M.Coster et J.L.Chermant au chapitre 9 [18], ou encore celui de L. da Fontoura Costa and R.C.Jr.Marcondes [22] entièrement dédié à ce sujet, et qui tente d'établir les méthodes applicables dans le cas de l'analyse tridimensionnelle de forme. Les particules intermétalliques étudiées sont de forme tridimensionnelle complexe.

Dans ce chapitre, nous utilisons plusieurs approches pour les caractériser. Les deux premières dérivent directement des méthodes d'analyse de formes simples et complexes bidimensionnelles de la littérature, adaptées à la nature tridimensionnelle de l'information. La troisième est une approche originale.

Tout d'abord une approche paramétrique de la forme est appliquée. Celle-ci permet d'obtenir un paramètre spécifique pour chaque mesure effectuée. Ensuite nous avons utilisé une approche spectrale, chaque particule étant caractérisée par un spectre de mesures. Enfin, nous proposons une approche originale basée sur l'ensemble de l'information de courbure à la surface des

particules intermétalliques.

Les différentes approches sont illustrées sur quelques formes typiques extraites de la base de données des particules de la phase au fer sur les échantillons de AA5182.

Les deux premières approches de caractérisation de la forme ont été présentées dans des articles de colloques : [71] [76] [75] [73] [74].

## 5.1 Caractérisation paramétrique

L'originalité de l'approche paramétrique présentée ici consiste dans la sélection des paramètres morphologiques utilisés [84] [18] [83]. Nous nous sommes en effet polarisés sur des mesures possédant une interprétation et un sens physique.

Nous présentons dans cette section les paramètres que nous avons mis en oeuvre et dont l'étude nous a semblé pertinente en vue de la compréhension des propriétés mécaniques de rupture des particules.

### 5.1.1 Les paramètres de base

Ils sont représentés par la mesure du volume et de la surface, ainsi que par les paramètres combinant les deux informations. Ils caractérisent les objets, et sont facilement mesurables en analyse d'images.

#### Le volume

Le volume  $V$  est calculé en comptant les voxels qui constituent l'objet tridimensionnel étudié.

#### La surface

La surface  $S$  est mesurée à partir de la méthode stéréologique de Crofton [19] [82]. Cette méthode estime la surface à partir de la mesure des aires projetées  $A_p$  de l'objet tridimensionnel sur des plans bidimensionnels d'orientation variée. La surface correspond à un facteur  $4\pi$  à la moyenne des aires  $A_p$  mesurées (équation 5.1).

$$S = 4\pi \langle A_p \rangle \quad (5.1)$$

### Les indices de formes

Ils comparent la forme étudiée à une forme de référence [85]. Ils sont très sensibles au bruit présent à la surface de l'objet.

**L'indice de sphéricité** Il est défini par l'équation 5.2. Il compare la forme de l'objet à celle d'une sphère. Si la forme de l'objet est proche de celle de la sphère alors il est égal à 1.

$$I_s = 36\pi \frac{V^2}{S^3} \quad (5.2)$$

#### 5.1.2 Les paramètres basés sur la notion de distance géodésique

Les paramètres présentés dans cette section sont basés sur la notion de distance géodésique [50] [51]. Cette distance est une métrique au sens défini au chapitre 4 section 1. Elle est particulièrement intéressante pour appréhender les formes tridimensionnelles complexes.

Nous rappelons tout d'abord la définition de la distance géodésique puis présentons des mesures morphologiques basées sur cette notion : la fonction de propagation géodésique, la longueur géodésique, le centre géodésique, l'indice d'élongation, et enfin le rayon maximal calculé à partir de la fonction distance.

##### La distance géodésique

Soit un ensemble  $X$  (figure 5.1), et 4 points  $x_1, x_2, x_3$  et  $x_4$  appartenant à cet ensemble. Un arc géodésique d'extrémité  $x_1$  et  $x_2$  vérifie les conditions suivantes :

- il est totalement inclus dans  $X$ ,
- il correspond au plus court chemin reliant  $x_1$  à  $x_2$ .

La distance géodésique entre 2 points  $x$  et  $y$  appartenant à  $X$  notée  $d_X(x_1, x_2)$  correspond au chemin le plus court  $C = (x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$  reliant  $x$  à  $y$  et inclus dans  $X$  (équation 5.3).

Sur la figure 5.1, la distance  $d_X(x_i, x_4)$  avec  $i$  variant de 1 à 3 ne remplit pas la première condition ; en effet  $x_i$  et  $x_4$  appartiennent à deux parties disjointes de  $X$ . Par convention cette distance est égale à l'infini.

$$d_X(x, y) = \min \{L(C) \mid x_1 = x, x_2 = y \text{ et } C \subseteq X\} \quad (5.3)$$



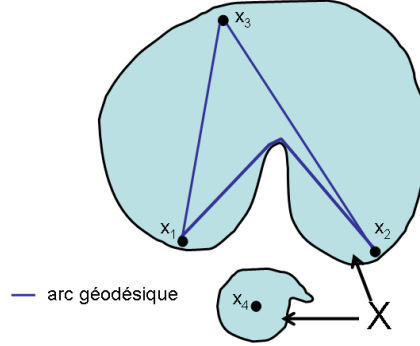


FIG. 5.1: Définition d'un arc géodésique dans une forme  $X$ , entre les points  $x_1, x_2, x_3$  et  $x_4$

### La fonction de propagation géodésique

La fonction de propagation géodésique est définie en terme de distance géodésique. Elle permet de déterminer des paramètres de forme pour les objets.

Elle correspond pour un point donné  $x$  appartenant à un ensemble  $X$  simplement connexe, c'est à dire sans trou et d'un seul tenant, à la longueur maximale des arcs géodésiques dont l'une des extrémités est  $x$ . La fonction de propagation géodésique s'exprime à partir de l'équation 5.4.

$$\forall x \in X, P_X(x) = \max \{d_X(x, y) | y \in X\} \quad (5.4)$$

### La longueur géodésique

La longueur géodésique d'un ensemble  $X$  simplement connexe est définie par l'équation 5.5. Elle correspond à la valeur maximale prise par la fonction de propagation géodésique. Cette mesure est sensible à la présence de bruit à la surface de l'objet étudié.

$$\forall x \in X, L_g(X) = \max \{P_X(x)\} \quad (5.5)$$

### Le centre géodésique

Le centre géodésique d'un ensemble  $X$  simplement connexe est défini comme le minimum régional de sa fonction de propagation géodésique. Par définition le centre géodésique appartient toujours à  $X$ . Il est invariant à la présence de bruit sur la frontière de l'ensemble. La valeur de la fonction

de propagation au centre géodésique correspond au rayon géodésique noté  $R_g(X)$ .

### L'indice d'élongation géodésique

L'indice d'élongation géodésique tridimensionnel  $IG_g$  est un nouvel indice développé au cours de la thèse. Il correspond à une extension 3D de l'indice d'allongement géodésique bidimensionnel d'équation 5.6 proposé par C.Lantuejoul et F.Maisonneuve [51]. Il caractérise l'élongation de l'objet  $X$  étudié. L'indice d'élongation géodésique tridimensionnel  $IG_g$  est défini par l'équation 5.7.

Dans le cas de l'étude d'une sphère,  $IG_g$  est égal à 1. En effet, la sphère représente l'objet le plus compact que l'on puisse définir. L'indice d'élongation augmente avec l'allongement de l'objet. Il correspond par exemple pour un segment à sa longueur.

Contrairement aux autres indices de forme présentés à la section précédente, il est insensible au bruit présent à la surface de l'ensemble étudié.

$$\text{dans le cas 2D : } IG_g(X) = \pi \frac{[L_g(X)]^2}{4A(X)} \quad (5.6)$$

$$\text{dans le cas 3D : } IG_g(X) = \pi \frac{[L_g(X)]^3}{6V(X)} \quad (5.7)$$

### Le rayon maximal

Le rayon maximal  $R_{\max}$ , est un paramètre original. Il correspond au minimum absolu des maxima régionaux de la fonction distance définie au sens géodésique (chapitre 4 section 1). Il correspond à la plus grande boule incluse dans la forme qui peut être translatée dans l'ensemble de son enveloppe interne, et centrée sur son pseudo-squelette géodésique.

Il est normalisé pour correspondre à un indice de forme qui compare le volume de l'objet à celui de la boule incluse de rayon  $R_{\max}$  (équation 5.8).

$$R_{\text{norm}}(X) = \frac{4}{3}\pi \frac{R_{\max}^3(X)}{V(X)} \quad (5.8)$$

### Mise en oeuvre

Les paramètres basés sur la distance géodésique ont été implémentés sur le logiciel Aphelion©. Ils ont été validés sur des formes simples pour lesquelles les mesures théoriques ont été calculées algébriquement : sphères, parallélépipèdes, union de sphères, union de sphères et de parallélépipèdes.

Sphères	V théo.	V calc.	$R_g$	$L_g$	Temps d'exécution
R=5 voxels	523	485	4	8	7 secondes
R=15 voxels	14137,2	13997	14	28	3472 secondes
R=25 voxels	65449,8	65117	24	48	41.154 secondes

TAB. 5.1: Temps d'exécution de l'algorithme de fonction de propagation pour des sphères de rayons croissants, et mesures du rayon et de la longueur géodésique correspondants

La complexité de l'algorithme de calcul de la fonction de propagation est en  $O(n^2)$ . Les temps de calcul sont donc longs. Ils augmentent rapidement avec le volume des particules étudiées (voir tableau 5.1); aussi nous n'avons pas calculé la fonction de propagation sur l'ensemble des voxels constituant chaque particule.

Nous avons donc mis au point un algorithme rapide pour le calcul de la longueur géodésique basé sur la fonction distance géodésique. Cet algorithme consiste en 6 étapes :

1. Calculs de la fonction distance géodésique dans la forme.
2. Extraction des maxima régionaux de la fonction distance, le pseudo-squelette géodésique 3D est obtenu.
3. Extraction de la valeur minimum des maxima régionaux de la fonction distance dans la particule formant le pseudo-squelette géodésique, détermination de  $R_{max}$ .
4. Dilatations conditionnelles successives du pseudo squelette (dans la forme de la particule).
5. Extractions des maxima locaux, ils correspondent aux points extrémaux de la forme.
6. Pour chaque maximum extrait, calcul de la fonction de propagation géodésique. La longueur géodésique correspond au maximum de la fonction de propagation mesuré sur l'ensemble des points extrémaux.

Cet algorithme permet d'obtenir rapidement le rayon maximal ainsi que la longueur géodésique.

Les temps de calcul nécessaires à la mesure des paramètres classiques ainsi que de  $R_{norm}$  et  $L_g$  sur un PC AMD Athlon 2600+, 2Go de RAM sont fournis dans le tableau 5.2 pour des boules de rayons croissants.

Sphères	V théo.	$R_{max}$	$L_g$	Temps d'exécution
R=5 voxels	523	5	8	2 secondes
R=15 voxels	14137,2	15	28	2 secondes
R=25 voxels	65449,8	25	48	4 secondes

TAB. 5.2: Temps d'exécution de l'algorithme mis au point pour la détermination rapide de  $R_{max}$  et de  $L_g$

### 5.1.3 Paramètres basés sur la matrice d'inertie

Les paramètres basés sur le calcul de la matrice d'inertie d'objets apportent des connaissances sur leur orientation dans l'espace, et également sur leur forme par l'étude de la distribution de leur masse.

#### Définition de la matrice d'inertie dans le cadre de la mécanique du solide

La matrice d'inertie d'une particule est définie par la matrice d'équation 5.9 (où  $x_i$ ,  $y_i$ , et  $z_i$  correspondent aux coordonnées des voxels de la particule dans le repère centré au centre d'inertie, et d'axes parallèles aux axes de l'image). Nous supposons pour les calculs d'inertie que la répartition en masse des particules intermétalliques est uniforme et que le volume élémentaire est le voxel (de masse élémentaire  $m_i$  égale à 1).

La matrice d'inertie est symétrique et définie positive; elle admet donc une base de trois vecteurs propres orthogonaux  $\vec{u}_1$ ,  $\vec{u}_2$ ,  $\vec{u}_3$ . Leurs composantes par rapport à la base de départ sont données par la matrice de passage P (équation 5.10). Cette base est appelée base principale d'inertie, ses axes, axes principaux d'inertie. Dans cette base, la matrice d'inertie devient diagonale. Elle est appelée matrice principale d'inertie (équation 5.10). Les termes diagonaux  $I_1, I_2, I_3$  sont appelés moments principaux d'inertie.

$$[J_0] = \begin{pmatrix} I_{ox} & -I_{xy} & -I_{xz} \\ -I_{yx} & I_{oy} & -I_{yz} \\ -I_{zx} & -I_{zy} & I_{oz} \end{pmatrix} \quad (5.9)$$

$$\begin{array}{l} I_{xy} = \sum m_i (y_i \cdot x_i) \quad I_{ox} = \sum m_i (y_i^2 + z_i^2) \\ I_{yz} = \sum m_i (y_i \cdot z_i) \quad I_{oy} = \sum m_i (x_i^2 + z_i^2) \\ I_{xz} = \sum m_i (z_i \cdot x_i) \quad I_{oz} = \sum m_i (y_i^2 + x_i^2) \end{array}$$

Produits d'inertie
Moments d'inertie

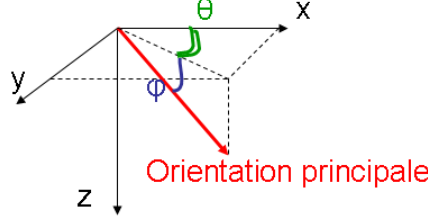


FIG. 5.2: Orientation de l'axe principal d'inertie de la particule (vecteur rouge) dans le repère de l'image.

$$P = \underbrace{\begin{pmatrix} u_{11} & u_{21} & u_{31} \\ u_{12} & u_{22} & u_{32} \\ u_{13} & u_{23} & u_{33} \end{pmatrix}}_{\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3} [J_0] = \begin{pmatrix} I_1 & 0 & 0 \\ 0 & I_2 & 0 \\ 0 & 0 & I_3 \end{pmatrix} \quad (5.10)$$

### Orientation des particules

À partir de la matrice de passage  $P$  et des moments principaux d'inertie  $I_1, I_2, I_3$ , nous déterminons l'orientation moyenne des particules.

Tout d'abord, l'axe principal d'inertie est déterminé. Il correspond à l'axe dont le moment principal d'inertie est le plus important, c'est à dire celui dont la valeur numérique est la plus grande. Ensuite, l'orientation de l'axe principal d'inertie est calculée dans la base composée des axes  $xyz$  de l'image à partir de la matrice  $P$  (équation 5.10). Elle est mesurée par les angles d'Euler  $\theta$  et  $\varphi$  dans le repère de l'image (figure 5.2). Les angles d'Euler  $\theta$  et  $\varphi$  sont calculés directement à partir de la projection du vecteur directeur  $\vec{u}_i$  de l'axe principal d'inertie d'inertie  $i$  dans le repère orthonormé de l'image (équations 5.11 et 5.12).

$$\theta = \arctan \left( \frac{u_{i2}}{u_{i1}} \right) \quad (5.11)$$

$$\varphi = \arctan \left( \frac{\sqrt{(u_{i1})^2 + (u_{i2})^2}}{u_{i3}} \right) \quad (5.12)$$

### Paramètres de distribution de masse

**Définitions** Les paramètres de distribution de masse correspondent à la valeur des moments principaux d'inertie. Ils rendent compte de la distribution

de masse de l'objet et sont caractéristiques de sa forme lorsque la masse est répartie uniformément dans l'objet.

Si les trois valeurs propres sont égales, la distribution de la masse est isotrope, le système étudié est sphérique. Si deux valeurs propres sont égales, alors la distribution de la masse est cylindrique. Si les trois valeurs sont différentes, aucune hypothèse de symétrie n'est possible.

Nous normalisons les valeurs propres des axes principaux d'inertie (équation 5.13), de manière à obtenir des paramètres de forme originaux  $\lambda_i$  indépendants du volume de l'objet.

$$\lambda_i = \frac{I_i}{(I_1 + I_2 + I_3)} \text{ avec } i = 1, 2, 3 \quad (5.13)$$

Les moments d'inertie normalisés présentent des paramètres de forme possédant une riche interprétation physique. En effet, ils permettent d'estimer la ressemblance d'un objet aux formes de distribution connues :

- la distribution de masse sphérique
- la distribution de masse cylindrique :
  - de type filaire
  - de type plan

De plus, ils présentent des propriétés géométriques intéressantes. Par définition, les moments d'inertie normalisés ont une somme égale à 1 (équation 5.14), et il existe une relation d'ordre entre eux (équations 5.15). Aussi l'étude de deux paramètres est elle suffisante pour décrire entièrement la distribution de masse de l'objet.

$$\lambda_1 + \lambda_2 + \lambda_3 = 1 \quad (5.14)$$

$$\lambda_1 \geq \lambda_2 \geq \lambda_3 \quad (5.15)$$

À partir de la définition des moments d'inertie et des équations 5.13, 5.14, et 5.15, on peut déduire les inégalités 5.16 et 5.17 (démonstration en annexe E).

$$\forall i, \lambda_i \leq 0,5 \quad (5.16)$$

$$\lambda_2 \geq 0,5(1 - \lambda_1) \quad (5.17)$$

**Le graphe des valeurs propres normalisées** À partir des équations 5.13, 5.14, 5.15 et des inégalités 5.16, 5.17, il est possible de tracer le graphe des valeurs prise par  $\lambda_1$  en fonction de celles de  $\lambda_2$ .

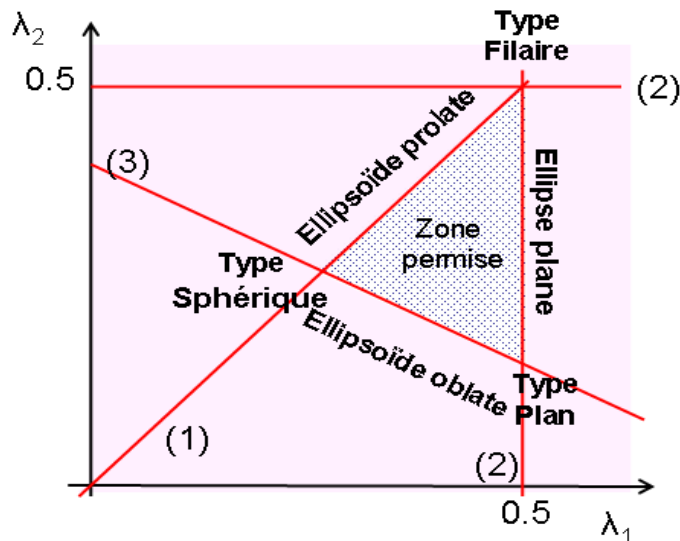


FIG. 5.3: Graphe théorique présentant les valeurs de  $\lambda_1$  en fonction de  $\lambda_2$

Le graphe obtenu (figure 5.3) représente en rouge le tracé des équations suivantes : l'inégalité 5.16 est représentée par les droites horizontale et verticale 2, la droite oblique 1 correspond à l'inégalité 5.13, enfin l'inégalité 5.17 est tracée par la droite 3.

Une fois toutes les relations entre les valeurs propres normalisées représentées, nous obtenons une *zone permise* de forme triangulaire. Ainsi tout système continu ou discret (points pesants) peut être reporté par un point à l'intérieur de ce triangle.

L'étude de ce graphe, permet de déduire de riches informations sur la forme des objets pouvant y être projetés.

Nous décrivons la forme connue des objets en fonction des zones du triangle (dans le sens anti-trigonométrique)

- La forme de distribution de masse sphérique correspond au point :  $\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda_3 = \frac{1}{3}$ .
- La forme de distribution de masse cylindrique de type filaire correspond au point :  $\lambda_1 = \lambda_2 = \frac{1}{2}$ .
- La forme de distribution de masse cylindrique de type plan correspond au point :  $\lambda_1 = \frac{1}{2}$  et  $\lambda_2 = \lambda_3 = \frac{1}{4}$ .

À l'intérieur du triangle la forme des objets varie continûment. Le long de ses arêtes les formes sont également définies. Il s'agit d'ellipsoïdes oblates (c'est à dire aplatis), d'ellipses planes et d'ellipsoïdes prolates (c'est à dire allongés).

### Mise en oeuvre

Le calcul de la matrice d'inertie de chaque particule a été implémenté sur Aphelion©. Un fichier texte contenant l'ensemble des matrices d'inertie pour les particules intermétalliques d'un état de déformation donné, est créé. La diagonalisation de la matrice est réalisée à l'aide d'un code écrit sous MATLAB©. En effet, MATLAB© est un logiciel dédié au calcul matriciel et il nous permet d'obtenir très rapidement la matrice de passage, les moments principaux d'inertie, ainsi que le calcul des angles  $\theta$  et  $\varphi$ .

Les temps de calcul pour une population de 18.000 particules sur un PC AMD Athlon 2600+, 2Go de RAM sont de 17.011 sec pour l'algorithme de calcul de la matrice d'inertie, et d'environ 4 sec pour le programme écrit sur MATLAB©.

## 5.2 Caractérisation spectrale

La caractérisation spectrale est couramment utilisée dans le cadre de l'analyse de texture. Le travail de Aubert et Jeulin est un exemple intéressant [4]. Elle est également appliquée à la caractérisation et classification des formes bidimensionnelles. L'ouvrage [22] de L. da Fontoura Costa et R.C.Jr.Marcondes en montre différentes applications.

La caractérisation spectrale de la forme des intermétalliques correspond au calcul d'un graphe qui représente une série de mesures d'un paramètre de forme pour plusieurs itérations d'une transformation effectuée sur chaque particule [18] [85].

Les mesures sont réalisées à la suite de transformations de l'objet. Nous proposons deux types de transformations. Tout d'abord à partir du calcul de la fonction distance, ensuite par des transformations combinant les opérateurs de morphologie mathématique d'érosion et de dilatation : l'ouverture et la fermeture morphologique.

### 5.2.1 Le graphe des distances euclidiennes

#### Principe

Comme pour l'étude de l'histogramme des distances vu au chapitre 4, le graphe des distances euclidiennes est mesuré sur l'image à partir de la fonction distance section 4.1.1 [85]. La fonction distance  $D$  d'une image binaire  $I$  associée à chaque voxel  $x$  de l'objet égal à 1, la distance au voxel du fond  $y$  le plus proche dont la valeur est égale à zéro, elle est définie par l'équation



Demi Distance au fond en $\mu m$	0	0,7	1,4	2,1	2,8	3,5
Valeur de l'histogramme	0,94540	0,04898	0,00524	0,00036	$1,610^{-5}$	$510^{-7}$

TAB. 5.3: Moyennes des histogrammes des distances euclidiennes pour les particules de la phase au fer de AA5182

suivante :

$$[D(I)](x) = \min \{d(x, y) | I(y) = 0\}$$

La distance utilisée pour le calcul du graphe des distances est la distance euclidienne  $d_e$  définie par l'équation 5.18.

$$d_e[(x_1, y_1, z_1), (x_2, y_2, z_2)] = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 + (z_2 - z_1)^2} \quad (5.18)$$

### Mise en oeuvre et interprétations

L'histogramme des distances est réalisé avec Aphelion©. Chaque particule intermétallique est caractérisée par une courbe qui correspond à l'histogramme de la fonction distance euclidienne dans la particule.

L'origine du graphe correspond au pourcentage de voxels appartenant à la surface de l'objet. La valeur extrême atteinte par l'histogramme correspond à la demi épaisseur de l'objet étudié.

Dans le cas des particules intermétalliques de type  $Al_x(Fe, Mn)$  contenues dans l'alliage d'aluminium 5182 cet histogramme est très particulier. En effet, le tableau 5.3 correspond à la moyenne pour chaque classe de distance, des graphes des distances obtenus sur environs 5000 particules de la phase au fer mesurées sur l'alliage déformé à 10%. Nous constatons que les particules intermétalliques sont toutes de très faibles épaisseurs inférieures à  $8,4\mu m$ . Ainsi les particules intermétalliques contenues dans AA5182 ont des formes, qui bien que complexes, représentent des enchevêtrements de *plans* caractéristiques de leur formation au niveau des joints de grains de l'aluminium au moment de la solidification de l'alliage.

Les particules intermétalliques, quelque soit leur dimension, ont une demi épaisseur qui reste quasi constante, comprise entre  $0,7\mu m$  et  $3,5\mu m$ . La majorité d'entre elles sont des particules peu épaisses dont les voxels la constituant sont situés sur sa surface (94,5% des voxels constituant les phases au fer ont une distance comprise entre 0 et  $0,7\mu m$ ).

### 5.2.2 Granulométrie

Dans la littérature, la granulométrie est utilisée pour la caractérisation de texture [4], ou comme descripteur de la forme d'objets [47]. Pour la caractérisation des particules intermétalliques de la phase au fer contenues dans les alliages légers d'aluminium, nous utilisons la deuxième approche en ajoutant une information complémentaire consistant à superposer le nombre de composantes connexes à la granulométrie obtenue par ouverture morphologique.

Nous rappelons tout d'abord la définition de la granulométrie, puis nous présentons les granulométries mises en oeuvre dans le cadre de la thèse.

#### Définition

La granulométrie d'un ensemble  $X$ , est définie comme une transformation morphologique  $T_\lambda$  de paramètre de taille  $\lambda$  satisfaisant les 3 axiomes suivants (définie par G.Matheron [59] [60]) :

- la transformation morphologique doit être anti-extensive :

$$T_\lambda(X) \subset X, \quad \forall \lambda > 0$$

- la transformation morphologique doit être croissante :

$$Y \subset X \Rightarrow T_\lambda(Y) \subset T_\lambda(X)$$

- Si deux transformations de l'image de paramètres  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  sont appliquées, le résultat doit être indépendant des opérations, il doit en outre être identique à celui obtenu après la transformation de l'image par le plus grand des 2 paramètres :

$$T_{\lambda_1}(T_{\lambda_2}(X)) = T_{\lambda_2}(T_{\lambda_1}(X)) = T_{\sup \lambda_1 \lambda_2}(X)$$

#### Mesure de la granulométrie et fonction de distribution

La granulométrie se calcule à l'aide d'une pyramide de filtres dont chaque élément est constitué par une transformation morphologique  $T$  de taille  $\lambda$  donnée [84] [18]. La taille correspond au facteur d'homothétie portant sur l'élément structurant mis en jeu. À la sortie de chaque filtre la mesure de Lebesgue de l'ensemble  $X$  est calculée. Pour une image tridimensionnelle la mesure de Lebesgue de  $X$  correspond à la mesure de son volume  $V_\lambda(X)$ . La fonction de distribution est alors définie par la quantité :

$$F_\lambda = 1 - \frac{V_\lambda(X)}{V_0(X)}$$

Le principal intérêt de l'utilisation de la granulométrie est d'obtenir une information sur la répartition de l'ensemble étudié, en utilisant un tamis de plus en plus fin (représenté par les opérations morphologiques).

Il existe différents types de granulométries en fonction des transformations morphologiques appliquées à l'image : granulométrie par ouverture, granulométrie par fermeture, pseudo-granulométrie par dilatation, et pseudo-granulométrie par érosion.

Dans le cas de l'analyse des particules intermétalliques de la phase au fer nous réalisons une granulométrie locale, c'est à dire que chaque particule est considérée comme un ensemble sur lequel nous appliquons une pyramide de transformations morphologiques. Les opérations morphologiques sont réalisées comme si la particule étudiée était seule dans une image de dimensions très grandes devant celles de sa boîte de Feret<sup>1</sup>.

### Granulométrie par ouverture

La granulométrie par ouverture consiste à appliquer à l'image des transformations à base d'ouvertures morphologiques [18] [85].

Nous présentons d'abord l'ouverture morphologique, ainsi que la mesure du nombre de composantes connexes. Puis nous analysons l'intérêt de la granulométrie par ouverture superposée à la mesure du nombre de composantes connexes.

**Définition de l'opération d'ouverture morphologique** L'opération d'ouverture morphologique consiste à dilater une image après qu'elle ait été érodée de manière à essayer de se rapprocher au mieux de l'image originale [84] [83].

L'ouverture  $\gamma$  d'une image  $I$  par un élément structurant  $B$  est notée  $\gamma_B(I)$  (équation 5.19). Ainsi le résultat de l'ouverture de  $I$  par  $B$  dépend de l'origine de l'élément structurant.

$$\gamma_B(I) = \delta_{\tilde{B}} [\varepsilon_B (I)] \quad (5.19)$$

L'ouverture morphologique d'un ensemble  $X$  de  $I$  par un élément structurant  $B$  correspond à l'ensemble des positions que peut prendre  $B$ , tel que celui-ci reste totalement inclus dans  $X$  :

$$\gamma_B(X) = \cup \{B | B \subseteq X\}$$

---

<sup>1</sup>La boîte de Feret correspond à la boîte englobante de la particule dont les faces sont parallèles à celles de l'image.

**Nombre de composantes connexes** L'ouverture morphologique d'un ensemble  $X$  se traduit par la suppression des structures de la forme ayant des dimensions inférieures à celle de l'élément structurant. L'ouverture morphologique permet également la séparation de l'ensemble  $X$  en plusieurs parties, lorsque celui ci est composé de noeuds de taille inférieure à celle de l'élément structurant.

Au cours de la granulométrie par ouverture, il paraît donc intéressant de mesurer le nombre de sous ensembles créés par chaque opération d'ouverture. Le nombre de composantes connexes en fonction du pas d'ouverture nous permet d'évaluer le nombre de zones plus fragiles de la particule inter-métallique et d'estimer le nombre de fragments susceptibles d'apparaître au cours du laminage.

**Mise en oeuvre** La mesure de la granulométrie par ouverture ainsi que la mesure du nombre de composantes connexes ont été implémentées sur Aphelion© en utilisant la fonction d'ouverture morphologique déjà implantée dans le logiciel.

Pour chaque particule de la base de donnée, une image  $I$  est créée de dimension égale à celle de sa boîte de Feret. Le volume de la particule et le nombre de sous ensembles connexes sont mesurés pour chaque opération d'ouverture de taille croissante, en utilisant au pas  $\lambda + 1$  l'érosion de l'image obtenue au pas  $\lambda$  [85] (conservée en mémoire à chaque itération) :

$$\gamma_{(\lambda+1)B}(I) = \delta_{(\lambda+1)B} [\varepsilon_B (\varepsilon_{\lambda B} (I))]$$

Pour chaque pas, le nombre de composantes connexes est mesurée en utilisant un algorithme d'étiquetage avec gestion d'une table d'équivalence. Chaque ensemble de l'image est labélisé avec des étiquettes différentes. La relation de voisinage choisie pour agréger ou non deux sous ensembles est un voisinage de type V6.

**Propriétés** La granulométrie par ouverture possède des caractéristiques particulières : ainsi le point d'inflexion de la courbe correspond à la demi épaisseur moyenne de la particule étudiée. La forme de la courbe est caractéristique de la forme de l'objet (mais la réciproque n'est pas vraie).

### Granulométrie par fermeture

La granulométrie par fermeture consiste à appliquer à l'image des transformations à base de fermeture morphologique.

**Définition de l'opération de fermeture morphologique** L'opération de fermeture morphologique consiste à éroder une image après qu'elle ait été dilatée de manière à essayer de se rapprocher au mieux de l'image originale [84] [83].

La fermeture morphologique  $\phi$  d'une image  $I$  par un élément structurant  $B$  est notée  $\phi_B(I)$ . Elle est définie comme étant la dilatation de  $I$  par  $B$  suivie de l'érosion par le transposé de l'élément structurant  $\check{B}$  (équation 5.20). Ainsi le résultat de la fermeture de  $I$  par  $B$  dépend de l'origine de l'élément structurant.

$$\phi_B(I) = \varepsilon_{\check{B}} [\delta_B(I)] \quad (5.20)$$

La fermeture morphologique d'un ensemble  $X$  de  $I$  par un élément structurant  $B$  correspond à l'ensemble des positions que peut prendre  $B$  tel que celui-ci reste totalement inclus dans  $X^c$  :

$$\phi_B(X) = [\cup \{B | B \subseteq X^c\}]^c$$

**Propriétés la granulométrie par fermeture** La fermeture morphologique d'un objet par un élément structurant convexe de taille croissante, permet de remplir les concavités de la forme jusqu'à l'obtention de son enveloppe convexe. La granulométrie par fermeture est donc une fonction décroissante, qui présente des paliers correspondant au remplissage des concavités de dimension proportionnelle à celle du pas de fermeture. La granulométrie par fermeture atteint un palier stable dès que toutes les concavités ont été bouchées, et que l'enveloppe convexe a été atteinte. Plus la forme est convexe plus la granulométrie par fermeture atteint le palier rapidement. L'allure de la courbe obtenue est caractéristique de la forme étudiée.

**Mise en oeuvre** La mesure de la granulométrie par fermeture a été implémentée sous Aphelion© en utilisant la fonction de fermeture morphologique déjà implantée dans le logiciel.

Pour chaque particule de la base de donnée, une image  $I$  est créée de dimension égale à celle de sa boîte de Feret dilatée par l'élément structurant isotrope  $B$  (octaèdre de taille  $\lambda$ ). Le volume de la particule est mesuré pour chaque opération de fermeture morphologique de taille croissante, en utilisant au pas  $\lambda + 1$  l'image obtenue au pas  $\lambda$ .

## 5.3 Etude sur la courbure locale à la surface des particules

Les particules intermétalliques de la phase au fer contenues dans les alliages d'aluminium 5182 sont de formes complexes. L'étude de la courbure locale à la surface des particules semble intéressante pour appréhender les relations mécaniques à l'interface matrice particule.

En analyse d'images, l'étude de la courbure est utilisée pour mesurer les intégrales de la courbure totale qui présentent un caractère topologique, et les intégrales de la courbure moyenne qui présentent un caractère métrique. Leur calcul est estimé par des méthodes stéréologiques présentées dans l'ouvrage de Ohser et Mückilich au chapitre 4 pages 133-140 [70].

L'étude de la courbure trouve aussi de nombreuses applications en synthèse d'images. Les études menées tentent de caractériser des surfaces discrètes par la mesure de la courbure locale [9] [55] [86]. Ces méthodes sont basées sur un maillage triangulaire de la surface [52][79].

En métallurgie, les études menées par Mendoza, Alkemper et Voorhees [63] [64] sur l'étude des histogrammes des courbures locales pour suivre l'évolution des dendrites d'alliage au moment de la solidification sont très intéressantes. Une application de ces travaux à l'étude des particules intermétalliques semble appropriée.

Nous présentons dans ce paragraphe l'étude de la courbure locale à la surface des intermétalliques. Nous montrons tout d'abord les principes de calcul de la courbure en un point d'une surface. Nous définissons les mesures de courbure moyenne et de courbure totale. Puis nous présentons la mise en oeuvre de la mesure de la courbure à l'aide du logiciel de maillage Amira<sup>®</sup>. Enfin, nous présentons le graphe kmin-kmax ses propriétés et sa mise en oeuvre.

### 5.3.1 Principe théorique de calcul de la courbure

#### La courbure d'une surface

Soit une surface  $S$  définie dans l'espace  $\mathbb{R}^3$  et un point  $x$  appartenant à  $S$ . On définit en  $x$  le vecteur normal  $\vec{n}$  à la surface  $S$ . Tout plan  $P$  contenant  $\vec{n}$  coupe  $S$  selon une courbe  $C$ . On calcule pour tout les plans  $P_i$  le rayon de courbure  $r_i$  des  $C_i$  en  $x$ . Parmi les rayons  $r_i$ , les rayons de courbure minimum  $R_{min}$  et maximum  $R_{max}$  sont choisis. Ils définissent les courbures (inverse du rayon) maximale  $k_{max}$  et minimale  $k_{min}$  appelées courbures principales.

### La courbure moyenne

La courbure moyenne  $H_3$  est définie comme la moyenne des courbures principales (équation 5.21). Elle présente un caractère métrique.

$$H_3(x) = \frac{1}{2} (k_{max} + k_{min}) \quad (5.21)$$

L'intégrale de la courbure moyenne consiste à calculer la courbure moyenne en tout point de la surface  $S$  d'un objet  $X$ , elle est définie par l'équation 5.22.

$$H = \int_S H_3(S) dS \quad (5.22)$$

### La courbure totale

La courbure totale ou courbure de Gauss est définie comme le produit des courbures principales (équation 5.23).

$$K(x) = (k_{max} \times k_{min}) \quad (5.23)$$

L'intégrale de la courbure totale consiste à calculer la courbure totale en tout point de la surface  $S$  d'un objet  $X$ , elle est définie par l'équation 5.24. Elle présente un caractère topologique, c'est à dire qu'elle peut être reliée directement à la forme de l'objet. Par exemple un ensemble homéomorphe à une sphère possède une intégrale à la courbure de Gauss égale à  $4\pi$ .

$$K = \int_S K(S) dS \quad (5.24)$$

### 5.3.2 Maillage et calcul de la courbure avec Amira<sup>®</sup>

Le calcul de la courbure locale a été effectué à l'aide du logiciel Amira<sup>®</sup>. Les courbures principales à la surface de la particule sont calculées à partir du maillage réalisé par le logiciel. Nous présentons tout d'abord la méthode de maillage appliquée par Amira<sup>®</sup>, puis nous montrons le principe de calcul de la courbure, enfin nous montrons la mise en oeuvre des mesures des courbures principales à partir de la base de données au format tks.

#### Le maillage

Le maillage de la surface d'une image est couramment utilisé dans le domaine des matériaux, pour réaliser une analyse mécanique d'un objet directement à partir d'images tridimensionnelles. La difficulté du maillage réside

dans la technique choisie pour mailler la surface. L'ouvrage de Frey et Georges [30] présente une synthèse sur les problèmes de construction de triangulation et de maillage.

Les méthodes de maillage se classent en deux familles :

- Les méthodes de maillage structuré. Elles sont réalisables sur des domaines où la géométrie de l'objet est proche d'une géométrie simple à mailler par paramétrisation des coordonnées des noeuds. Le choix des éléments qui constituent le maillage (rectangles, triangles, polyèdres...) dépend de la géométrie du domaine à mailler. Cette méthode ne peut pas être appliquée pour mailler un domaine polygonal quelconque, comme celui des particules intermétalliques.
- Les méthodes de maillage non structuré. Elles sont réalisables sur des géométries complexes éloignées des géométries simples par l'utilisation d'un treillis régulier de points. On dénombre 3 catégories de méthodes de génération de maillage non structuré :
  - La décomposition spatiale.
  - Les méthodes frontales.
  - La triangulation de Delaunay [29].

#### **Le maillage dans Amira<sup>®</sup>**

La méthode utilisée dans le logiciel Amira<sup>®</sup> est la méthode frontale. L'idée des méthodes frontales est de mailler le domaine par itérations successives en faisant propager vers l'intérieur de la surface un front<sup>2</sup> initialisé sur la frontière du domaine, jusqu'à son recouvrement complet. L'algorithme des méthodes frontales est présenté ci dessous :

1. Initialisation du front sur la périphérie du domaine. Le front est constitué de segments en 2D et de triangles en 3D.
2. Mise en ordre du front.
3. Sélection du premier élément du front (élément candidat).
4. Calcul de la position du noeud idéal, c'est à dire sélection d'un point qui connecté au segment formerait un triangle correspondant aux critères de taille et de qualité choisis.
5. Recherche des noeuds proches de ce noeud idéal.
6. Classement des noeuds sélectionnés.
7. Création d'un élément valide avec le premier noeud qui le permet.
8. Mise à jour du front.

---

<sup>2</sup>Le front désigne la frontière entre la zone maillée et la zone non maillée.



9. Si le front n'est pas vide retour en 3.

La méthode de maillage non structuré utilisée est basée sur l'algorithme du *Marching Cube* [56]. À partir de l'image 3D, l'algorithme discrétise la surface de l'objet en triangles à mailler. Ensuite à partir de la surface discrétisée, le volume est maillé en tétraèdres linéaires en utilisant une méthode frontale implémentée dans Amira<sup>®</sup> [1]. Cette méthode permet de faire varier la taille des éléments dans le modèle sans créer de discontinuité. Le nombre d'éléments triangulaires définissant une surface va dépendre de sa complexité, et sera optimisé pour obtenir une bonne définition et un faible nombre de degrés de liberté.

L'algorithme de type marching cubes permet de réaliser un maillage géométrique triangulaire de la surface à partir d'un nuage de points de la surface et de calculer la normale à la surface en chaque sommet du triangle, il se déroule de la manière suivante :

1. Localisation de la surface dans un cube imaginaire composé de huit points.
2. Calcul de la normale.
3. Passage au cube suivant.

La localisation de la surface est obtenue à partir d'un index créé dans un tableau précalculé des 256 configurations de polygones possibles ( $2^8 = 256$ ) dans le cube formé. Chaque sommet reçoit une valeur scalaire correspondant à un bit. Le cube est donc représenté par un octet. Si la valeur scalaire est supérieure à la valeur de l'isosurface c'est à dire que le sommet est situé à l'intérieur de la surface, alors le bit correspondant est mis à un, sinon il est prend la valeur zéro. La valeur finale obtenue pour le cube après le test des huit points est l'index de la bonne configuration polygonale dans le tableau précalculé.

Finalement, chaque sommet des polygones générés est placé à sa position finale le long de l'arête du cube, en interpolant linéairement les deux valeurs scalaires connectées par cette arête.

Les 256 valeurs du tableau de configuration des polygones sont calculées par réflexion et symétrie à partir de 15 cas possibles référencés sur la figure 5.4.

### Algorithme de simplification de surface

Le raffinement du maillage est obtenue par un algorithme d'effondrement des arêtes proposé par Hope en 1993 [38][37] (illustré sur la figure 5.5). Cet algorithme consiste à fusionner les deux extrémités des arêtes en un point,

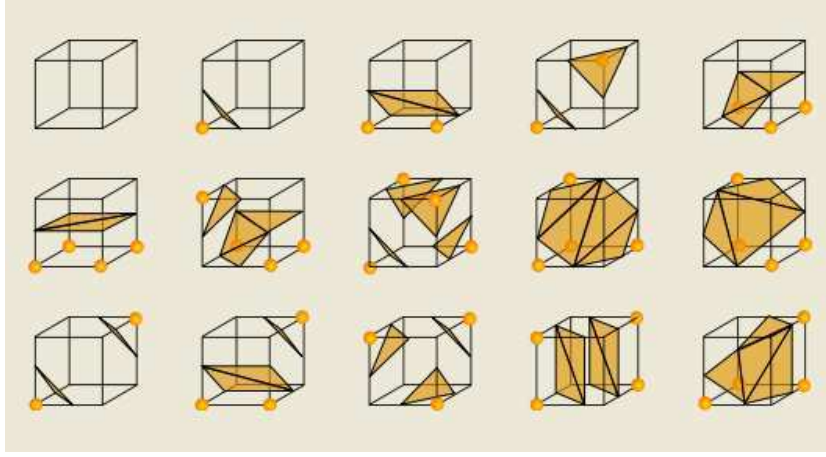


FIG. 5.4: Les 15 configurations possibles de triangles par application de l'algorithme des marching-cubes. Les points oranges représentent les sommets internes à la surface.

à partir d'un critère d'effondrement basé sur la minimisation de la fonction d'énergie. La fonction d'énergie prend en compte 2 paramètres :

- La distance du maillage simplifié au maillage original  $E_{dist}$  d'équation 5.25 où  $x_i$  représente les sommets du maillage original et  $S$  la surface du maillage simplifié et  $d(x_i, S)$  la distance euclidienne de  $x_i$  à  $S$ .

$$E_{dist} = \sum d^2(x_i, S) \quad (5.25)$$

- L'amélioration éventuelle de la répartition spatiale des points  $E_{spring}$  d'équation 5.26, qui permet d'assurer que le maillage ne présente pas de fortes aspérités;  $(v_i, v_j)$  représente tous les couples de sommets du maillage simplifié.

$$E_{spring} = \sum d^2(v_i, v_j) \quad (5.26)$$

### Paramètres de calcul de la courbure sous Amira<sup>®</sup>

Le calcul de la courbure dans Amira<sup>®</sup> est effectué à partir du maillage obtenu par la méthode du Marching-cubes. Ainsi les courbures principales vont être estimées soit pour chaque triangle de la surface, soit pour chaque noeud constituant le maillage. La méthode utilisée est présentée dans le manuel de Amira<sup>®</sup> aux pages 240-241 [1].

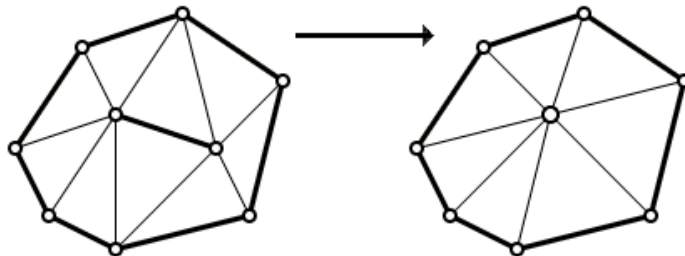


FIG. 5.5: Représentation de l'algorithme d'effondrement d'arêtes

L'algorithme consiste à approcher localement la surface par une forme quadratique. Les valeurs propres et les vecteurs propres de la forme quadratique correspondent aux valeurs des courbures principales ainsi qu'à leur direction.

Les paramètres de calcul de l'algorithme sont :

- Le nombre de voisins. Il détermine quels triangles sont considérés comme voisins du triangle sur lequel la courbure est calculée, ou quels noeuds sont considérés comme voisins du noeud considéré. Si le nombre de voisin est égal à un, alors seuls les triangles partageant une arête avec le triangle sur lequel est effectuée la mesure sont considérés comme voisins de ce triangle ou seuls les sommets directement reliés au noeuds courant sont pris en compte.
- Le nombre de couches. Il détermine combien de fois les valeurs de la courbure initiale, calculée pour un triangle ou un sommet sont moyennée par les valeurs des courbures des triangles voisins au premier ordre, ou des sommets. Plus la valeur du nombre de couche est importante plus la valeur de la courbure obtenue est lissée. Ce paramètre n'intervient qu'au niveau de la mesure de la valeur scalaire de la courbure et n'influe pas sur la direction des vecteurs de courbure.

### Mise en oeuvre

À partir des particules contenues dans la base de données au format tks (propre au logiciel Aphelion©), il est possible de reconstituer les images binaires au format vtk de chaque intermétallique à l'aide d'une fonction écrite dans Aphelion©, puis de changer leur format en raw à l'aide d'un code écrit en C++.

Un code écrit par Nicolas Moulin [69], permet de générer automatiquement le calcul de la courbure sur un ensemble d'images de type raw contenues

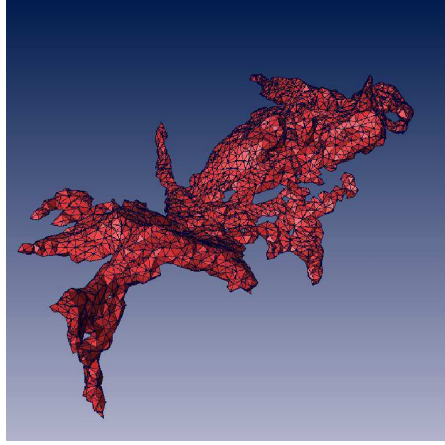


FIG. 5.6: Particule intermétallique 22 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% maillée avec Amira (Nicolas Moulin). Le nombre de facettes composant le maillage est égal à 8044.

dans un fichier, en sélectionnant les paramètres de calcul de la courbure.

Amira<sup>®</sup> fournit pour chaque facette de l'objet les coordonnées des trois noeuds composant le triangle, ainsi que les valeurs des courbures principales. Un programme de récupération des données écrit en C++ par Nicolas Moulin et moi même permet de récupérer pour chaque facette la surface du triangle ainsi que les courbures principales correspondantes dans un document de type texte.

Une étude sur des formes types de taille variable a été effectuée : cylindres, cylindre ayant subi une rotation de l'axe principal, sphères, ellipsoïdes, sur lesquels nous avons fait varier tous les paramètres : raffinement de maillage variant de  $\{0; 1, 4; 2, 8\}$ , nombre de voisins variant de  $\{1; 6; 16\}$ . Les paramètres finalement retenus sont un raffinement de maillage égal à 1, 4, un nombre de voisin de 6, et un nombre de couche est égal à 0 (figure 5.6).

Le temps nécessaire aux calculs de la courbure sur une base de données comportant 4921 images de particules au format raw est de 2h21 min. Les surfaces et volumes calculés pour les différentes valeurs de raffinement de maillage des sur objets numériques synthétisés et maillés, sont donnés dans le tableau ci-dessous :

		Cylindre	Cylindre tourné	Ellipsoïde	Tore
Aphelion©	volume	324109	324088	975733	1151976
	surface	26223,0	27452,9	53409,3	76637,6
raffinement :2,8	volume	328274	327698	989383	1168340
	surface	26928,6	26929,2	539323	77845
raffinement 2,0	volume	328520	328024	990032	1169135
	surface	26960,9	27142,1	54099	78073
raffinement 1,4	volume	328691	327890	990394	1169416
	surface	27572,4	27829,2	55620	79970
raffinement 0,0	volume	328918	328000	990371	1169213
	surface	28227,7	29818,8	58448	83872

On constate que le raffinement de maillage 1,4 permet d'approcher correctement les formes géométriques tout en ayant des temps de calcul raisonnables.

### 5.3.3 Le graphe $k_{min}$ - $k_{max}$

Il est possible de quantifier les formes de l'interface objet-matrice en regardant les distributions des courbures à l'interface ( $k_{min}$ - $k_{max}$ ) pour différents objets. Les articles d'Alkemper Voorhes et Mendoza présentent l'utilisation de ce graphe pour la caractérisation de la croissance de dendrites au cours de la solidification d'un alliage cuivre aluminium [2] [87] [63] [64].

#### Propriétés et interprétations

Le graphe  $k_{min}-k_{max}$  présenté dans l'article de référence de Besl et Jain en 1985 [9] présente les propriétés géométriques des portions d'interface (figure 5.7). La forme de l'interface peut être déterminée à partir des valeurs de  $k_{min}$  et de  $k_{max}$  (les exemples des différents types de géométries des portions d'interface sont illustrés sur les figures 5.8 et 5.9). Nous présentons ci-dessous les propriétés remarquables de ce graphe :

- Toutes les courbures doivent se situer à gauche de la droite correspondant à  $k_{min} = k_{max}$ . Toutes les portions d'interface qui appartiennent à cette droite ont une forme sphérique.
- Les portions d'interface planaires sont localisées à l'origine du graphe lorsque  $k_{min} = k_{max} = 0$ .
- Les portions d'interface cylindriques ont  $k_{min} = 0$  ou  $k_{max} = 0$  ( $k_{min} = 0$  la portion prend la forme d'une vallée, si  $k_{max} = 0$  elle prend la forme d'un pont).
- Les portions d'interface hyperboliques ou en forme de selle ont une valeur positive et l'autre négative de  $k_{min}$  et  $k_{max}$ .

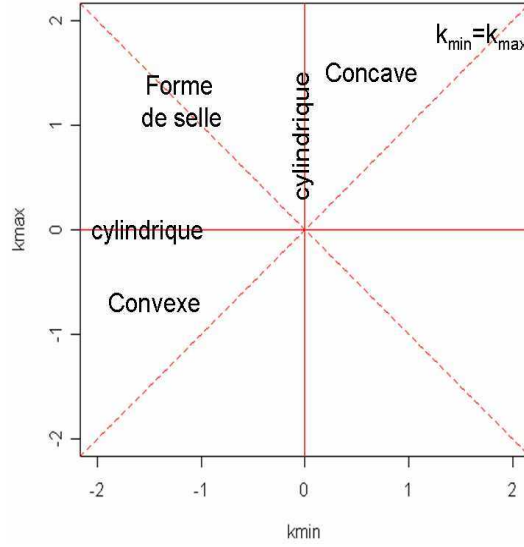


FIG. 5.7: Graphe de type  $k_{min}$ - $k_{max}$  avec zone correspondant aux différents types de portion d'interface

- Si les deux courbures principales de l'interface sont positives, la portion d'interface est définie comme concave.
- Si les deux courbures principales sont négatives, la portion d'interface est convexe.

#### Mise en oeuvre : histogramme bidimensionnel $k_{min}$ - $k_{max}$

Le graphe  $k_{min}$ - $k_{max}$  représente chaque portion d'interface de l'objet comme un point. Dans le cas du maillage des particules intermétalliques le treillis obtenu comporte un grand nombre de facettes, de quelques milliers à plusieurs dizaines de milliers. Un histogramme bidimensionnel peut alors être utilisé pour exploiter correctement l'information.

Nous avons réalisé à partir des fichiers résultats (au format texte obtenus par Amira<sup>®</sup>) une fonction implémentée dans le logiciel R<sup>©</sup> réalisant d'une part le graphe  $k_{min}$ - $k_{max}$  (voir illustration sur la figure 5.10), ainsi que l'histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  (figure 5.13). Nous avons ensuite créé une fonction dans R<sup>©</sup> pour établir successivement l'ensemble des histogrammes des particules intermétalliques.

Les intervalles des histogrammes bidimensionnels créés pour chaque particule intermétallique sont  $[\min k_{min} - \max k_{min}]$  et  $[\min k_{max} - \max k_{max}]$ . Les valeurs  $[\min k_{min} - \max k_{min}]$  et  $[\min k_{max} - \max k_{max}]$  correspondent pour

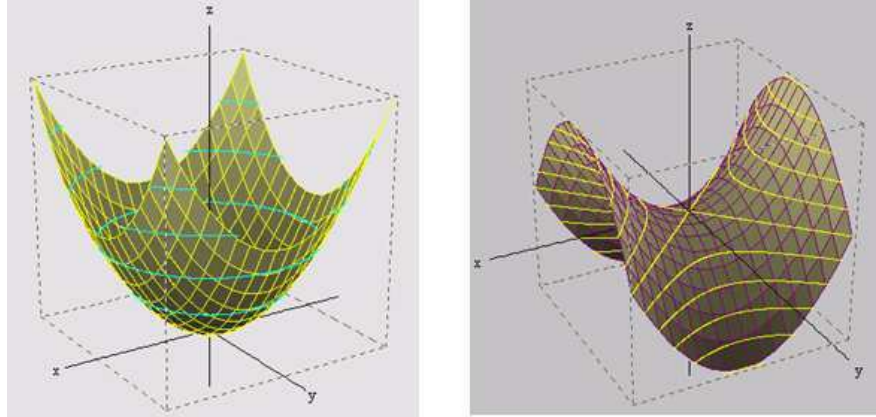


FIG. 5.8: Illustration des géométries d'interface en selle à droite et concave à gauche

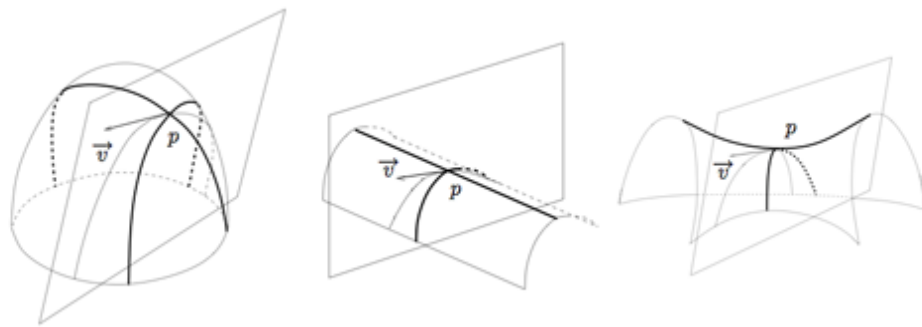


FIG. 5.9: Illustration des géométries d'interface typique au point  $p$  de l'interface.

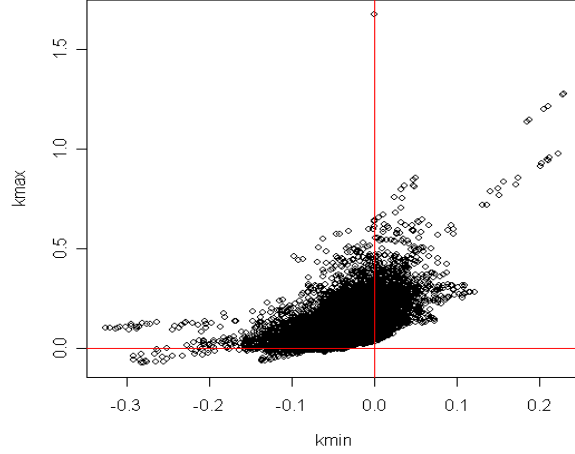


FIG. 5.10: Graphe  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule de la figure 5.6 .

l'ensemble de la population des intermétalliques aux maxima et minima des courbures principales. Les subdivisions  $n$  de l'abscisse et  $m$  de l'ordonnée du graphe sont fixées par l'utilisateur. Les résultats sont écrits dans un fichier texte pour chaque particule sous la forme d'une structure, comportant les valeurs prises par la matrice  $m \times n$ , et les bornes de l'histogramme.

Les histogrammes bidimensionnels calculés sont pondérés. Ainsi chaque facette est comptabilisée en fonction du pourcentage de la surface de l'objet qu'elle représente (voir illustration sur la figure 5.13).

Le temps nécessaire aux calculs de l'histogramme des courbures à partir des fichiers texte de 4921 images de particules au format raw est de 14 min.

## 5.4 Résultats

Nous présentons dans cette section les résultats de la caractérisation de la forme tridimensionnelle complexe de particules intermétalliques extraites de la base de données de la phase au fer de l'alliage d'aluminium 5182 déformé à 10%.

Nous avons choisi parmi les 4921 individus de la base de données 5 particules qui présentent des variations de forme intéressantes et pour lesquelles nous analysons successivement les résultats obtenus par :

- les caractérisations paramétriques reportées dans le tableau 5.4,



Mesures	V	S	$I_s$	$I_c$	$L_g$	$IG_g$	$R_{max}$	$R_{norm}$	$\lambda_1$	$\lambda_2$	$\theta$	$\varphi$
n°22	17397	15238,9	0,010	0,005	150	101,6	1	0,0002	0,49	0,44	174,7	30,6
n°1448	2121	954,7	0,585	0,321	17	1,2	3	0,0533	0,47	0,36	81,9	8,4
n°3788	3484	2890,5	0,057	0,030	48	16,6	1	0,0012	0,49	0,27	80,5	36,5
n°4249	28619	21858,3	0,009	0,005	122	33,2	1	0,0002	0,40	0,35	136,7	43,5
n°4408	1290	1223,6	0,103	0,049	49	47,8	1	0,0033	0,50	0,49	172,0	38,8

TAB. 5.4: Résultats de la mesure des paramètres caractéristiques en voxels, sur différentes formes de particules intermétalliques de la phase au fer contenues dans AA5182

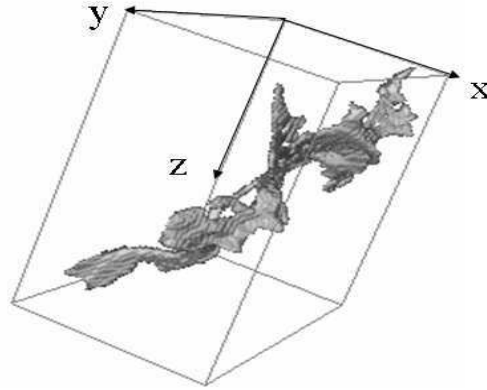


FIG. 5.11: Particule intermétallique 22 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% ( $69 \times 145 \times 115 \mu m^3$  visualisée avec Aphelion©)

- les caractérisation spectrales illustrées par les figures 5.12, 5.15, 5.18, 5.21, 5.24
- ainsi que l'étude de l'histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  illustrées par les figures 5.13, 5.16, 5.19, 5.22, 5.25.

#### 5.4.1 Particule n°22

**Caractérisation paramétrique** Les paramètres mesurés sur la particule 22 sont reportés dans le tableau 5.4.

Les très faibles valeurs des indices de forme  $I_c$  et  $I_s$  indiquent que la forme la particule 22 est très éloignée de la forme d'un cube ou d'une sphère. Nous remarquons également que les valeurs des indices de forme  $I_s$  et  $I_c$  sont très faibles, ce qui suggère que la particule 22 est essentiellement constituée en surface.

La forte valeur prise par  $IG_g$  supérieure à 100 montre que cette particule est très allongée, en outre les valeurs de  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  égales à 0,5 indiquent que la forme de la particule a une distribution de masse de type filaire.

**Caractérisation spectrale** La courbe de granulométrie par ouverture figure 5.12 présente un point d'inflexion pour un pas d'ouverture de 1,5 voxels soit  $1,05\mu m$ . L'épaisseur moyenne de la particule est donc égale à  $2,1\mu m$  ce qui est très faible compte tenu du volume de la particule égal à  $5967\mu m^3$ , en effet la sphère qui présenterait un volume équivalent aurait un rayon égal à  $11,25\mu m$ . De plus, nous constatons que le nombre de composantes connexes augmente énormément au cours des pas ouverture (par un octaèdre de taille constante) de la particule 22. Il est égal à 9 pour un pas d'ouverture de 1, et à 15 pour un pas de 2. Ensuite il décroît progressivement. La particule est donc composée de plans qui sont déconnectés au fur et à mesure de la granulométrie.

La particule 22 est formée de plans d'épaisseurs variables présentant des zones plus fines (d'épaisseur inférieur à  $1,4\mu m$ ). Physiquement, la particule 22 aura tendance à ce fragmenter au niveau de ces zones de fragilité.

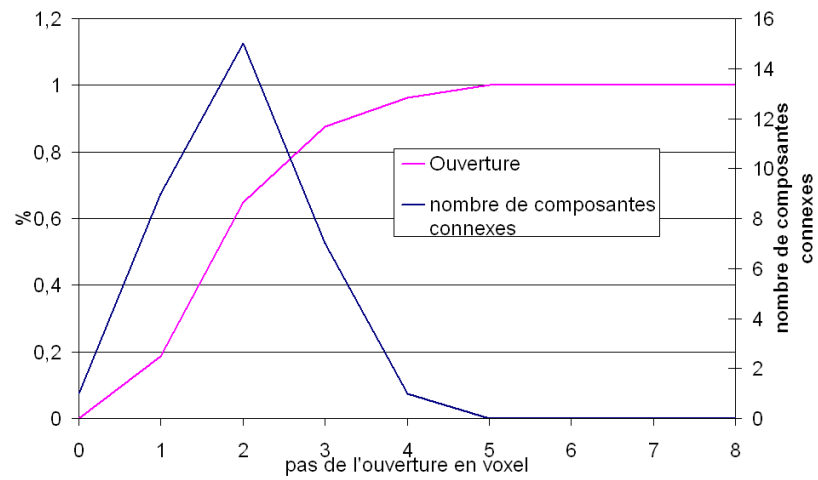
La courbe de granulométrie par fermeture est tout d'abord légèrement décroissante, ce qui suggère que la particule 22 n'a que de très faibles aspérités. À partir d'un pas de fermeture de 50 voxels soit  $35\mu m$ , la courbe décroît beaucoup plus vite, indiquant qu'à cet échelle les concavités de la particule sont plus importantes. La particule 22 est donc composée d'un plan présentant un angle d'ouverture important.

**Courbure locale** L'histogramme de la courbure locale de la particule 22 présenté sur la figure 5.13 présente une concentration importante d'interfaces localisées : sur la droite  $k_{max}=0$ , sur la droite  $k_{min}=0$ , dans la zone des portions d'interface en selle, ainsi qu'un pic centré en zéro. Il suggère que la particule 22 possède un grand nombre d'interfaces cylindriques de type pont, ainsi qu'une part importante d'interfaces planaires. La particule est donc formée de plans et de branches présentant des intersections.

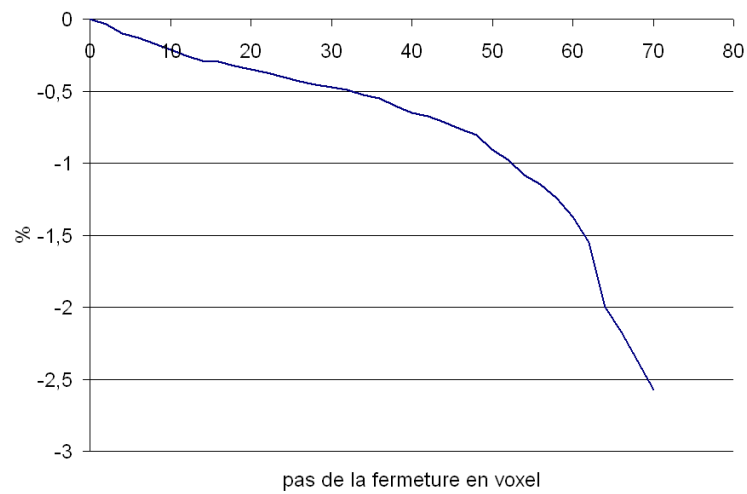
### 5.4.2 Particule n°1448

**Caractérisation paramétrique** Les paramètres mesurés sur la particule 1448 sont reportés dans le tableau 5.4.

Les faibles valeurs des indices de forme  $I_c$  et  $I_s$  indiquent que la forme de la particule 1448 est assez éloignée de la forme d'un cube ou d'une sphère.



(a)



(b)

FIG. 5.12: Analyse spectrale de la particule 22 extraite de la base de données des phases au fer de AA5182 à une déformation de 0.1 (a) Granulométrie par ouverture (b) Granulométrie par fermeture

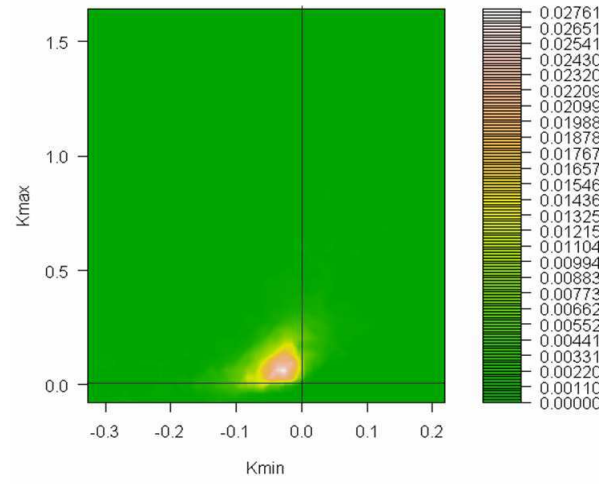


FIG. 5.13: Histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule 22.

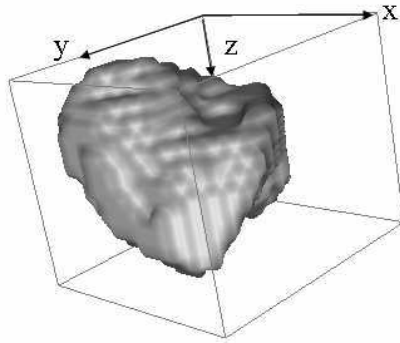


FIG. 5.14: Particule intermétallique 1448 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% (visualisée avec Aphelion©)

La particule est néanmoins compacte, les indices de formes ont une valeur relativement élevée.

La valeur relativement élevée de  $R_{max}$  égal à 3, indique que la particule est assez épaisse. En effet, une boule d'un rayon égal à 3 peut parcourir la particule 1448 en tout point de son pseudo squelette géodésique. Elle est donc constituée d'un coeur compact d'un volume au moins égal à 12 voxels.

La valeur de l'indice d'élongation  $IG_g$  égale à 1,2 montre que cette particule présente un très faible allongement, en outre les valeurs de  $\lambda_1 = 0,47$  et  $\lambda_2 \simeq 0,35$  indiquent que la forme de la particule a une distribution de masse de type ellipsoïde oblate.

**Caractérisation spectrale** La courbe de granulométrie par ouverture figure 5.15 présente un point d'inflexion pour un pas d'ouverture de 4 voxels soit  $2,8\mu m$ . L'épaisseur moyenne de la particule est donc égale à  $5,6\mu m$ . Elle est importante compte tenu du volume de la particule égal à  $727,21\mu m^3$ . En effet, la sphère qui présenterait un volume équivalent aurait un rayon égal à  $8\mu m$ . Nous constatons en outre, que le nombre de composantes connexes est constant. Il est égal à un quelque soit le pas de l'ouverture jusqu'à la disparition complète de celle-ci. La particule est donc composée par un ensemble presque convexe.

Physiquement, cette particule sera probablement plus difficile à fragmenter au cours du laminage.

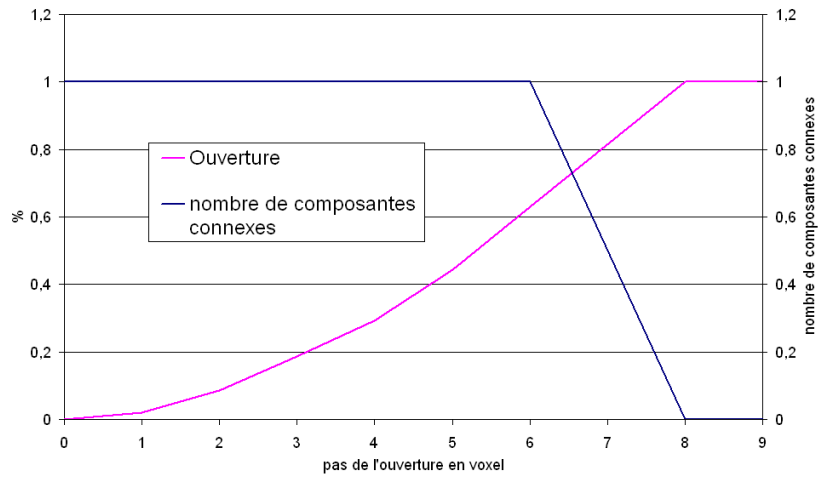
La courbe de granulométrie par fermeture est tout d'abord constante. Elle suggère que la particule 1448 est assez convexe. À partir d'un pas de fermeture de 40 voxels, soit  $28\mu m$ . La courbe décroît puis atteint un nouveau pallier. Elle présente donc une concavité d'angle d'ouverture important. La particule 1448 est donc compacte et en grande partie convexe.

**Courbure locale** L'histogramme de la courbure locale de la particule 1448, présenté sur la figure 5.16, suggère qu'elle possède quelques interfaces cylindriques de type vallée et de type en selle, ainsi qu'une part importante d'interface concave (vues par rapport à l'intérieur de l'enveloppe). La particule est donc majoritairement convexe.

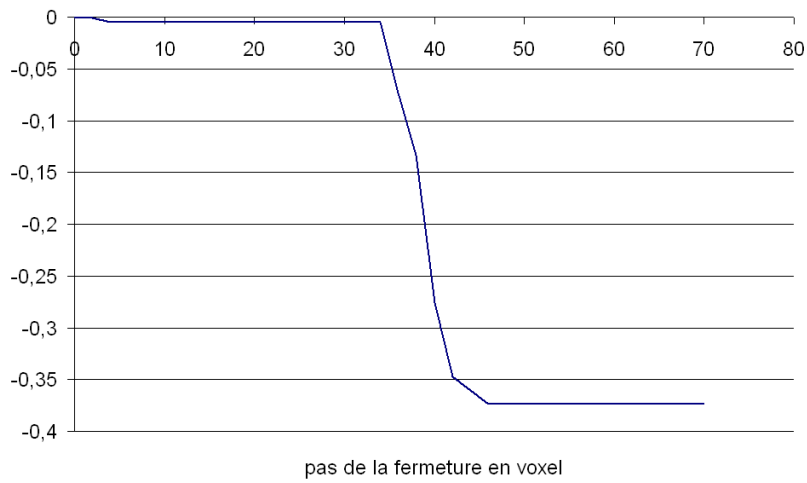
### 5.4.3 Particule n°3788

**Caractérisation paramétrique** Les paramètres mesurés sur la particule 3788 sont reportés dans le tableau 5.4.

Les très faibles valeurs des indices de forme  $I_c$  et  $I_s$  indiquent que la forme la particule 3788 est très éloignée de la forme d'un cube ou d'une sphère. Nous



(a)



(b)

FIG. 5.15: Analyse spectrale de la particule 1148 extraite de la base de données des phases au fer de AA5182 à une déformation de 0.1 (a) Granulométrie par ouverture (b) Granulométrie par fermeture

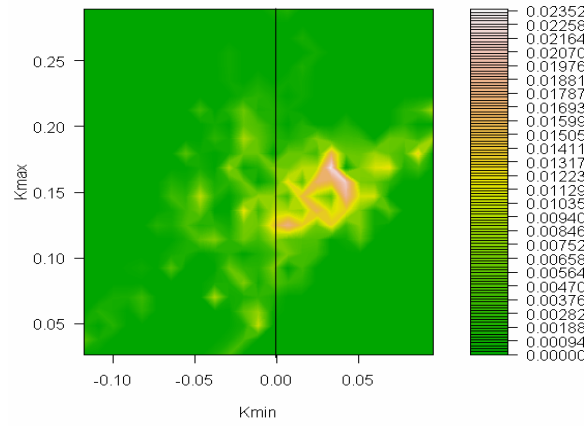


FIG. 5.16: Histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule 1448.

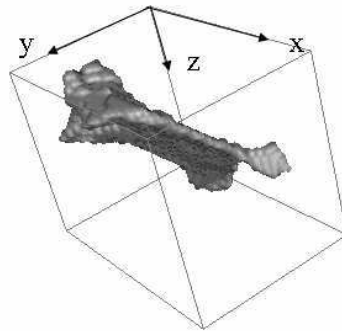


FIG. 5.17: Particule intermétallique 3788 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% (visualisée avec Aphelion©)

remarquons également que les valeurs des indices de forme  $I_s$  et  $I_c$  sont très faibles. La surface de la particule est donc importante en comparaison de son volume. La particule est constituée en surface. Elle est de faible épaisseur.

La valeur prise par  $IG_g$  égale à 16,6 montre que cette particule est allongée. En outre, les valeurs de  $\lambda_1 = 0,49$  et  $\lambda_2 \simeq 0,27$  indiquent que la forme de la particule a une distribution de masse de type plan.

**Caractérisation spectrale** La courbe de granulométrie par ouverture (figure 5.18) présente un point d'inflexion pour un pas d'ouverture de 1,5 voxels soit  $1,05\mu m$ . L'épaisseur moyenne de la particule est donc égale à environ  $2\mu m$ , ce qui est très faible compte tenu du volume de la particule égal à  $1195\mu m^3$ . En effet, la sphère qui présenterait un volume équivalent aurait un rayon égal à  $6,6\mu m$ . De plus, nous constatons que le nombre de composantes connexes augmente dans un premier temps. Il est égal à 2 pour un pas d'ouverture de 1, et à 4 pour un pas de 2. Ensuite, il décroît progressivement. La particule est donc composée de plans d'épaisseur variable, entre 2 et 4 voxels.

La courbe de granulométrie par fermeture décroît tout d'abord. Pour de faibles pas de fermeture les petites concavités sont donc bouchées. Puis, elle devient constante entre 15 et 35 voxels ce qui suggère que la particule ne possède pas de concavités d'angle d'ouverture moyen. À partir d'un pas de fermeture de 35 voxels, soit  $24,5\mu m$ , la courbe décroît. Elle possède donc une concavité importante présentant un grand angle d'ouverture qui n'est pas atteint par la courbe.

**Courbure locale** L'histogramme de la courbure locale de la particule 3788 (figure 5.19), présente un pic de densité important de portions d'interfaces au environs du point (0,0), ainsi que sur la droite  $k_{min} = 0$ . Il suggère que la particule 3788 possède quelques interfaces cylindriques de type vallée, ainsi qu'une part importante d'interfaces planes correspondant au pic de l'histogramme. La particule est donc majoritairement plane. Elle possède également des portions d'interface de type cylindrique.

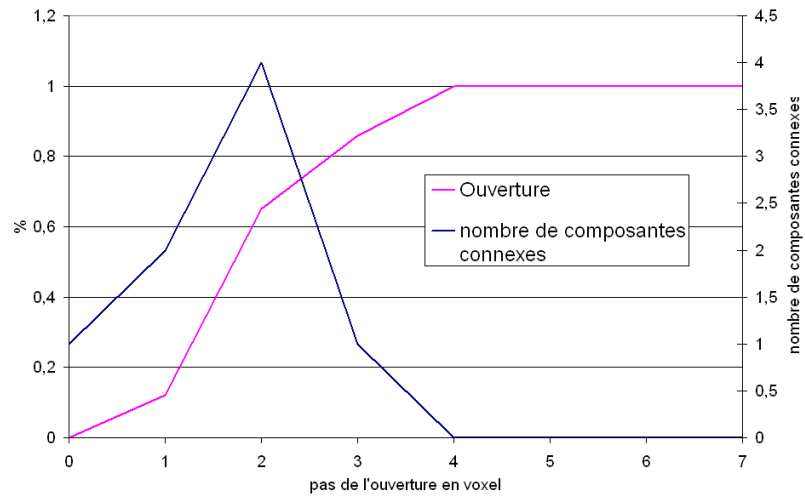
#### 5.4.4 Particule n°4249

##### Caractérisation paramétrique

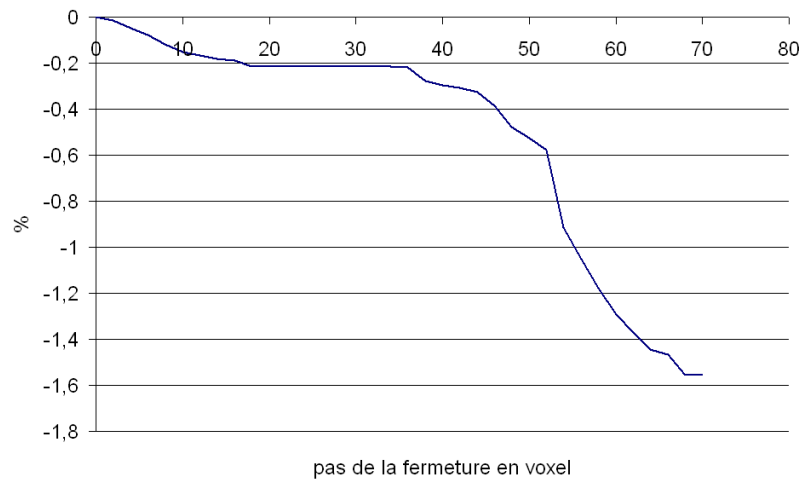
Les paramètres mesurés sur la particule 4249 sont reportés dans le tableau 5.4.

Les très faibles valeurs des indices de forme  $I_c$  et  $I_s$  indiquent que la forme la particule 4249 est très éloignée de la forme d'un cube ou d'une sphère. Nous remarquons également que les valeurs des indices de forme  $I_s$  et  $I_c$ , sont très





(a)



(b)

FIG. 5.18: Analyse spectrale de la particule 3788 extraite de la base de données des phases au fer de AA5182 à une déformation de 0.1 (a) Granulométrie par ouverture (b) Granulométrie par fermeture

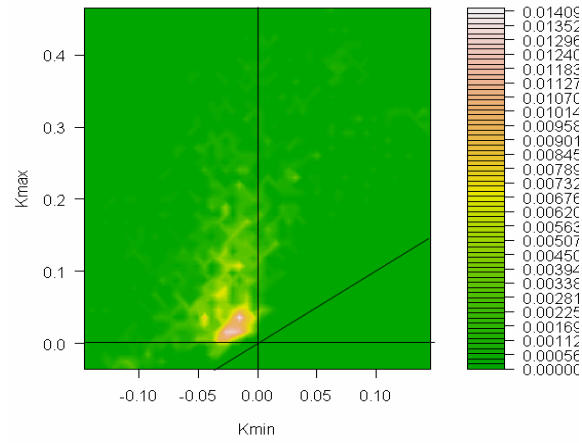


FIG. 5.19: Histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule 3788.

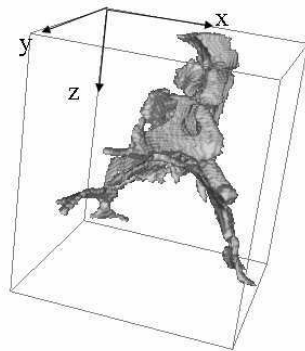


FIG. 5.20: Particule intermétallique 4249 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% (visualisée avec Aphelion©)

faibles. La surface de la particule est donc importante en comparaison de son volume. La particule est constituée en surface. Elle est de faible épaisseur

La valeur prise par  $IG_g$  égale à 33,2 montre que cette particule est assez allongée. De plus, les valeurs des valeurs propres normalisées sont :  $\lambda_1 = 0,40$  et  $\lambda_2 = 0,35$ . La particule 4249 se situe au centre du triangle formé par le graphe  $\lambda_1$ - $\lambda_2$ . Elle possède une distribution de masse particulière, éloignée des distributions de masse usuelles.

### Caractérisation spectrale

La courbe de granulométrie par ouverture (figure 5.21), présente un point d'inflexion pour un pas d'ouverture de 1,5 voxels soit  $1,05\mu m$ . L'épaisseur moyenne de la particule est donc égale à  $2\mu m$ . Elle est très faible compte tenu du volume de la particule égal à  $9816\mu m^3$ . En effet, la sphère qui présenterait un volume équivalent aurait un rayon égal à  $13,2\mu m$ . De plus, nous constatons que le nombre de composantes connexes croît très vite pour de faible pas d'ouverture. Il est égal à 5 pour un pas d'ouverture de 1, et à 20 pour un pas de 2. Puis, il décroît progressivement. La particule est donc composée de parties qui sont déconnectées au fur et à mesure de la granulométrie. Ces parties sont reliées par des zones de faibles épaisseurs. Physiquement, cette particule présente de nombreuses zones de fragilité, notamment cinq zones particulièrement fines d'épaisseur inférieur à  $0,7\mu m$ .

La courbe de granulométrie par fermeture est décroissante. Elle suggère que la particule 4249 possède des concavités de différentes échelles remplies, au fur et à mesure, par les fermetures successives.

### Courbure locale

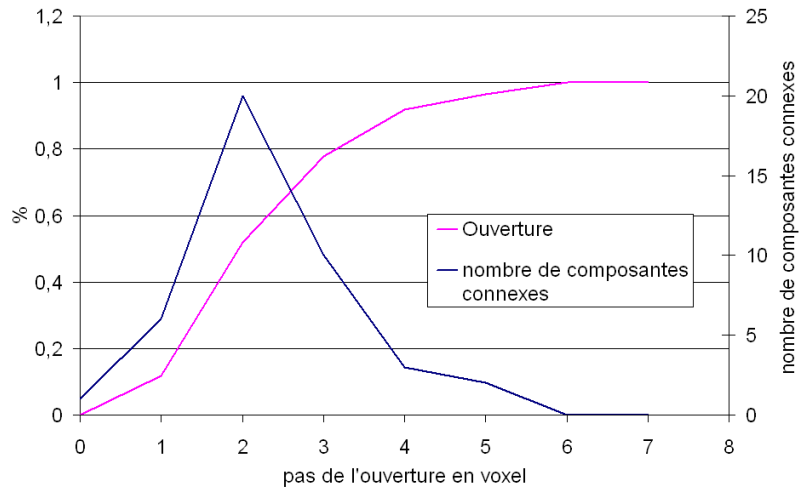
L'histogramme de la courbure locale (figure 5.19), suggère que la particule 4249 possède quelques interfaces cylindriques de type vallée et pont, et que les portions d'interface majoritaire ont une forme en selle. La particule 4249 est donc assez complexe. Elle est formée d'embranchements de plans et de branches, caractérisés par les portions d'interface en selle.

#### 5.4.5 Particule n°4408

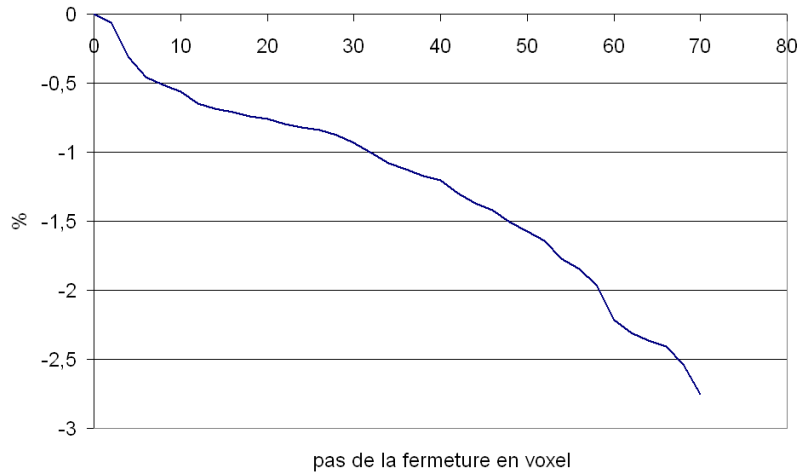
##### Caractérisation paramétrique

Les paramètres mesurés sur la particule 4408 sont reportés dans le tableau 5.4.

Les très faibles valeurs des indices de forme  $I_c$  et  $I_s$  indiquent que la forme la particule 4249 est très éloignée de la forme d'un cube ou d'une sphère.



(a)



(b)

FIG. 5.21: Analyse spectrale de la particule 4249 extraite de la base de données des phases au fer de AA5182 à à une déformation de 0.1 (a) Granulométrie par ouverture (b) Granulométrie par fermeture

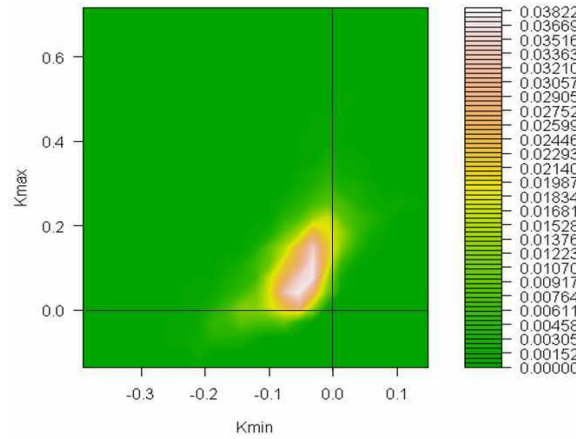


FIG. 5.22: Histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule 4249.

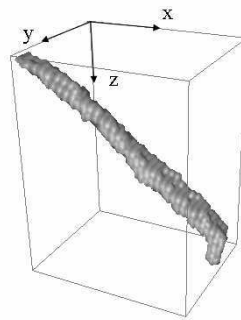


FIG. 5.23: Particule intermétallique 4408 (de la base de données) de la phase au fer contenue dans AA5182 déformé à 10% (visualisée avec Aphelion)

Nous remarquons également que les valeurs des indices de forme  $I_s$  et  $I_c$  sont faibles. La surface de la particule est donc importante en comparaison de son volume. La particule est constituée en surface. Elle est de faible épaisseur.

La valeur prise par  $IG_g$  égale à 47,8 montre que cette particule est allongée. Les valeurs de  $\lambda_1 = 0,5$  et  $\lambda_2 = 0,49$ , indiquent que la particule 4408 possède une distribution de masse de type filaire.

### Caractérisation spectrale

La courbe de granulométrie par ouverture (figure 5.24) présente un point d'inflexion pour un pas d'ouverture de 1,5 voxels soit  $1,05\mu m$ . L'épaisseur moyenne de la particule est donc égale à  $2\mu m$  ce qui est très faible compte tenu du volume de la particule égal à  $442\mu m^3$ . De plus, nous constatons que le nombre de composantes connexes est constant et égal à 1 au cours de la granulométrie par ouverture de la particule. La particule est donc composée par un ensemble compact.

La courbe de granulométrie par fermeture décroît tout d'abord pour de très faibles pas de fermeture, les petites concavités sont donc bouchées. Puis elle devient constante entre 3 et 35 voxels ce qui suggère que la particule ne possède pas de concavités d'angles d'ouverture moyens. À partir d'un pas de fermeture de 35 voxels, soit  $24,5\mu m$ , la courbe décroît. Elle possède donc une concavité importante présentant un angle d'ouverture important qui n'est pas atteint par la courbe.

### Courbure locale

L'histogramme de la courbure locale de la particule 4408 présenté sur la figure 5.25 suggère qu'elle possède majoritairement des interfaces cylindriques de type vallée, ainsi que quelques portions d'interfaces en selle et concaves (par rapport à l'intérieur de son enveloppe). La forme globale de la particule semble donc être cylindrique.

## 5.5 Conclusion

La caractérisation de la forme complexe des particules intermétalliques de type  $Al_x(Fe,Mn)$  contenues dans les alliages d'aluminium 5182 a été abordée sous différents aspects : paramétrique, spectral, interfacique.

Les trois techniques utilisées se sont montrées complémentaires. Elles nous ont permis de mettre en évidence les caractéristiques particulières de la forme complexe des intermétalliques (faibles épaisseurs, forme de type "peau").

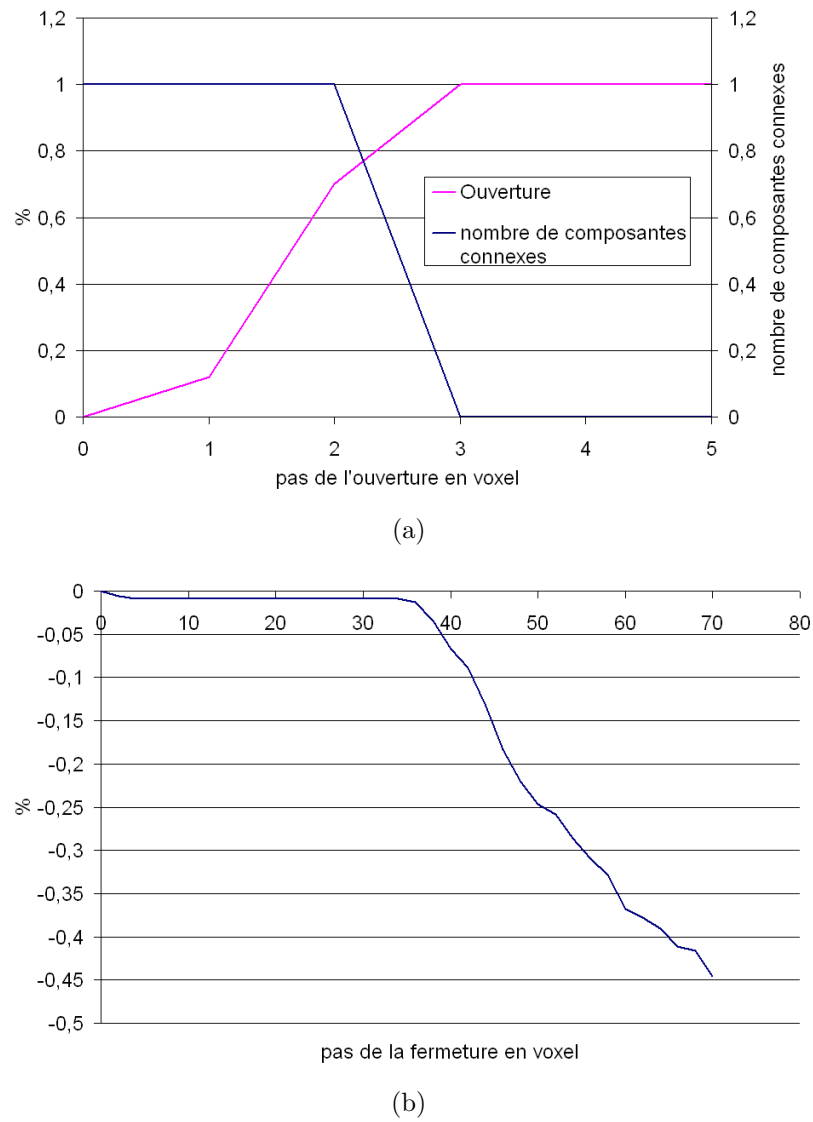


FIG. 5.24: Analyse spectrale de la particule 4408 extraite de la base de données des phases au fer de AA5182 à une déformation de 0.1 (a) Granulométrie par ouverture (b) Granulométrie par fermeture

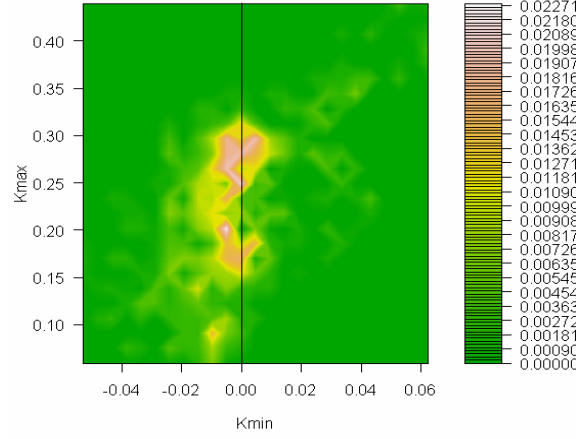


FIG. 5.25: Histogramme bidimensionnel  $k_{min}$ - $k_{max}$  de la particule 4408.

L'étude paramétrique permet de mesurer des caractéristiques précises sur la forme des particules, à l'aide de paramètres morphologiques sélectionnés pour leur interprétation physique. L'étude spectrale présente quant à elle une information plus complexe sur la structure de la forme. Elle nous permet d'obtenir une signature spécifique à chaque particule. L'étude de la courbure à l'interface particule-matrice, permet de mettre en évidence les zones de la particule de géométrie singulière, qui seront le siège des contraintes pendant la sollicitation mécanique au cours du laminage industriel.

L'ensemble des mesures de caractérisation de la forme a été réalisé sur toutes les particules de la base de données. L'illustration des résultats sur cinq particules typiques, montre la pertinence des mesures effectuées par rapport aux types de formes observés. L'étude des résultats sur l'ensemble des particules de la base de données, nécessite l'utilisation de méthodes statistiques d'analyse des données, qui est présentée au chapitre 6.





## Chapitre 6

# Analyse statistique de la population des particules

Le chapitre 5 a présenté un ensemble de mesures efficaces pour caractériser la forme des intermétalliques, ces mesures sont regroupées en trois catégories :

- caractérisation paramétrique,
- caractérisation spectrale,
- caractérisation surfacique.

Une particule est donc représentée par un ensemble de mesures, qui nous renseigne sur sa morphologie.

Pour un état de déformation donné, les images tridimensionnelles acquises par microtomographie aux rayons X de l'alliage d'aluminium 5182, comportent un grand nombre de particules intermétalliques de la phase au fer, de 5000 individus pour le 10% de déformation à 18.000 individus pour le matériau déformé à 123,5%.

Pour analyser la grande quantité de données à notre disposition, nous avons utilisé des méthodes d'analyse statistique permettant l'étude de l'ensemble des individus.

Dans une première partie nous présentons une analyse directe des mesures réalisées au chapitre 5. Nous étudions d'abord la moyenne et l'écart type. Puis, l'évolution de la morphologie des particules intermétalliques est présentée par analyse des graphes de distribution des paramètres à différents états de déformation de l'alliage. Enfin, l'étude de l'évolution de l'orientation des particules dans le volume de la tôle est réalisée.

Dans une seconde partie, nous utilisons l'analyse factorielle des données obtenues par la caractérisation paramétrique des particules de la phase au fer. Le but de cette analyse, est de trouver un espace de représentation pour les particules intermétalliques comportant toute l'information fournie par l'ensemble des paramètres dans un espace réduit. Dans cet espace réduit, nous

montrons comment comparer deux populations de particules. Nous utilisons ce principe pour étudier d'une part l'évolution de la population des particules intermétalliques au cours du processus de laminage, et d'autre part pour évaluer la ressemblance entre la population de particules réelle et la population des particules simulées obtenue à partir de la modélisation par un schéma booléen (chapitre 4)

La troisième partie propose la classification des intermétalliques dans ce nouvel espace de représentation. Le but recherché est d'obtenir des familles de particules caractérisées par leur aptitude à la rupture.

## 6.1 Analyse directe des mesures

Dans cette section, nous proposons l'analyse directe des mesures de l'ensemble des paramètres caractéristiques.

Nous présentons dans une première partie les résultats de la moyenne et des écarts types des mesures pour différents états de déformation.

La seconde partie, montre l'évolution de la morphologie des particules au cours du laminage par analyse des histogramme obtenus pour chaque mesure. Nous présentons d'abord les histogrammes en nombre et en volume obtenus pour chaque paramètre. Puis, nous concluons sur l'évolution des paramètres morphologiques mesurés.

Dans une troisième partie, nous proposons l'analyse de l'évolution de l'orientation des particules intermétalliques au cours du laminage industriel. Tout d'abord, nous proposons l'analyse des histogrammes des angles  $\theta$  et  $\varphi$  présentés au chapitre 5. Puis, nous proposons une analyse de la projection stéréographique. Enfin, nous concluons sur les résultats des orientations obtenus.

### 6.1.1 Étude de la moyenne et de l'écart type des paramètres morphologiques mesurés

Le tableau 6.1, contient les résultats (mesuré en voxels) de la moyenne et de l'écart type pour l'ensemble des particules intermétalliques de la phase au fer du matériau déformé à 10, 82 et 123,5%.

La fraction volumique des intermétalliques de la phase au fer, est quasiment constante au cours de la déformation de l'alliage. Elle est égale à 0,5% pour le matériau déformé à 10 et 82%, et 0,7% pour matériau déformé à 123,5%. Nous constatons que le nombre de particule de type  $Al_x(Fe,Mn)$  augmente avec le taux de déformation. Les particules sont donc fragmentées au cours du processus de laminage sous l'effet des contraintes appliquées.

## 6.1. Analyse directe des mesures

	10%		82%		123,5%	
nb particules	4921		13279		17897	
paramètres	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
V	3771,56	6906,16	880,66	2104,17	936,66	2848,18
S	2989,91	5336,23	849,33	1924,88	1213,93	3465,95
$I_s$	0,3328	0,2865	0,4006	0,2631	0,4695	0,2741
$IG_g$	18,17	24,45	13,11	20,93	12,33	23,92
$L_g$	35,81	39,34	20,32	22,81	19,20	25,35
$R_{norm}$	0,050	0,0717	0,0641	0,0946	0,0738	0,0788

TAB. 6.1: Résultats de la moyenne et de l'écart type pour l'ensemble des particules intermétalliques de la phase au fer du matériau déformé.

Compte tenu des écarts types, présentés dans le tableau ci-dessus, nous pouvons difficilement, à partir des moyennes, estimer l'évolution des paramètres morphologiques mesurés au cours du laminage de l'alliage d'aluminium 5182 étudié.

### 6.1.2 Étude des graphes de distribution de l'étude paramétrique

Dans cette section nous présentons l'évolution de la morphologie des particules à partir de l'étude des histogrammes des paramètres morphologiques mesurés aux états de déformation 10, 82 et 123,5%.

#### Étude de l'évolution des paramètres morphologiques mesurés

Le tableau 6.1.2 présente les résultats du test du  $\chi^2$  obtenus sur les histogrammes pris 2 à 2. Les différences entre les histogrammes du matériau déformé à 10% et à 82% sont estimées, ainsi que celles des histogrammes du 82% et du 123,5%. L'état le moins déformé est pris comme état de référence.

Le test du  $\chi^2$  mesure la distance entre deux histogrammes (équation 6.1). La distance du  $\chi^2$  est d'abord calculée à partir de l'équation 6.1, où  $E_{th}$  correspond à l'effectif théorique et  $E_{obs}$  à l'effectif observé. Le test du  $\chi^2$  est ensuite réalisé. Il renvoie la probabilité qu'une valeur de l'histogramme au moins aussi élevée que la valeur calculée se soit produite par chance selon l'hypothèse d'indépendance. Il permet de déterminer si des différences significatives ont été acquises.

Test du $\chi^2$ paramètres	Histogramme en volume		Histogramme en nombre	
	10%-82%	82%-123,5%	10%-82%	82%-123,5%
V	7,63 $10^{-19}$	3,32 $10^{-8}$	$\sim 1$	$\sim 1$
S	3,01 $10^{-19}$	0,42368	$\sim 1$	$\sim 1$
I <sub>c</sub>	0,3796	$\sim 1$	$\sim 1$	$\sim 1$
IG <sub>g</sub>	$\sim 0$	0,36547	$\sim 1$	$\sim 1$
L <sub>g</sub>	1,78 $10^{-13}$	0,00288	0,33883	$\sim 1$
R <sub>norm</sub>	0,11014	$\sim 1$	$\sim 1$	$\sim 1$

TAB. 6.2: Résultats du test du Khi deux pour les histogrammes des paramètres entre les états de déformation

$$d_{\chi^2} = \sum_i \frac{(E_{obs_i} - E_{th_i})^2}{E_{th_i}} \quad (6.1)$$

Les tests montrent qu'il y a une évolution statistiquement significative entre les deux histogrammes lorsque la valeur prise par le test est proche de zéro, et inversement que l'évolution n'est pas statistiquement significative lorsque la valeur du test est proche de un.

**Étude de l'évolution des histogrammes des paramètres morphologiques mesurés en nombre** Nous constatons sur le tableau 6.1 que les histogrammes mesurés en nombre des paramètres morphologiques V, S, I<sub>c</sub>, IG<sub>g</sub>, R<sub>norm</sub> ne montrent pas une évolution statistiquement significative pour les mesures réalisées sur les particules de la phase au fer de AA5182 déformé à 10, 82, et 123,5%.

Le test du  $\chi^2$  montre qu'il existe une évolution significative de la longueur géodésique entre l'alliage d'aluminium déformé à 10% et l'alliage déformé à 82%.

Les figures 6.2 et 6.1 présentent les histogrammes en nombre de la longueur géodésique mesurée sur les particules Al<sub>x</sub>(Fe,Mn) à trois états de déformation de l'alliage d'aluminium (10, 82 et 123,5%). Nous constatons que l'évolution de la longueur géodésique L<sub>g</sub> entre les histogrammes des états de déformation 82 et 123,5 % n'est pas statistiquement représentative, le test du  $\chi^2$  est égal à 0,99774, ce qui se traduit par des courbes quasiment confondues.

Nous remarquons une évolution importante de la longueur géodésique entre le matériau déformé à 10% et à 82%, avec réduction de cette longueur.

L'histogramme des longueurs géodésiques mesurées en nombre (figure 6.2) sur le 10% est bimodal. Le premier pic correspond à de très faibles longueurs

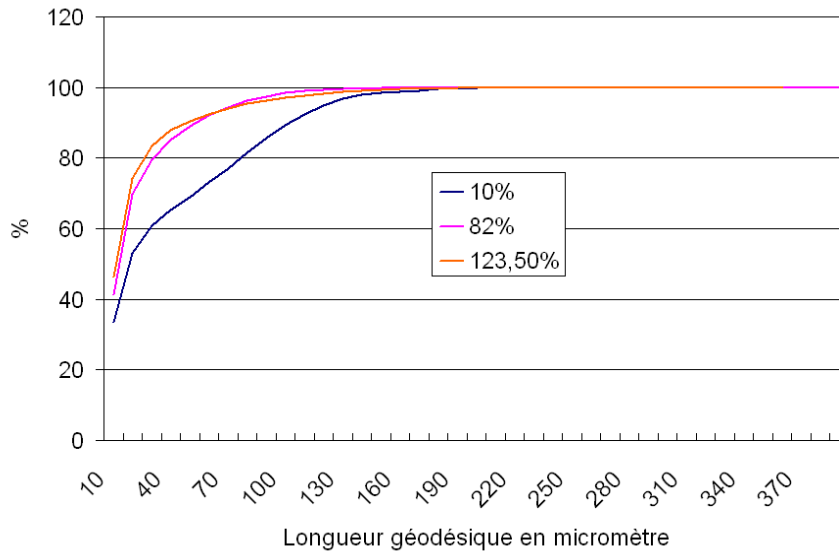


FIG. 6.1: Histogramme cumulé des longueurs géodésiques en nombre des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

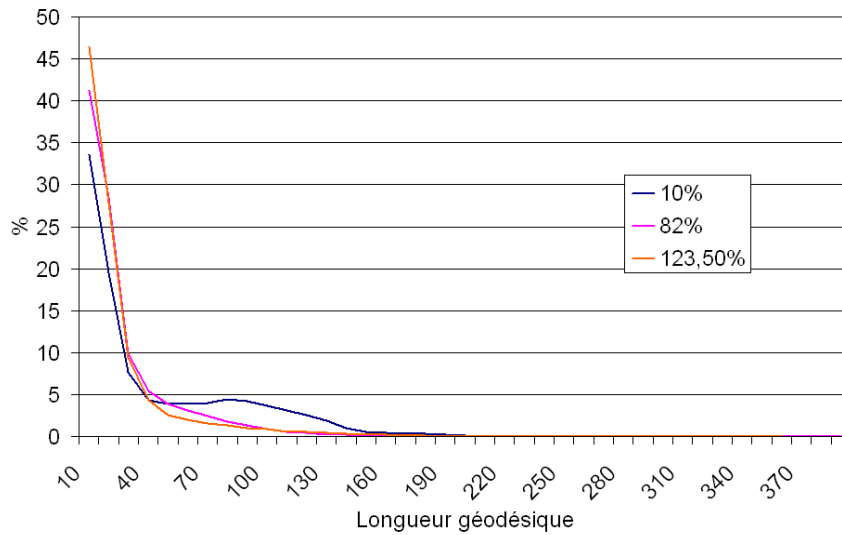


FIG. 6.2: Histogramme des longueurs géodésiques en nombre des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

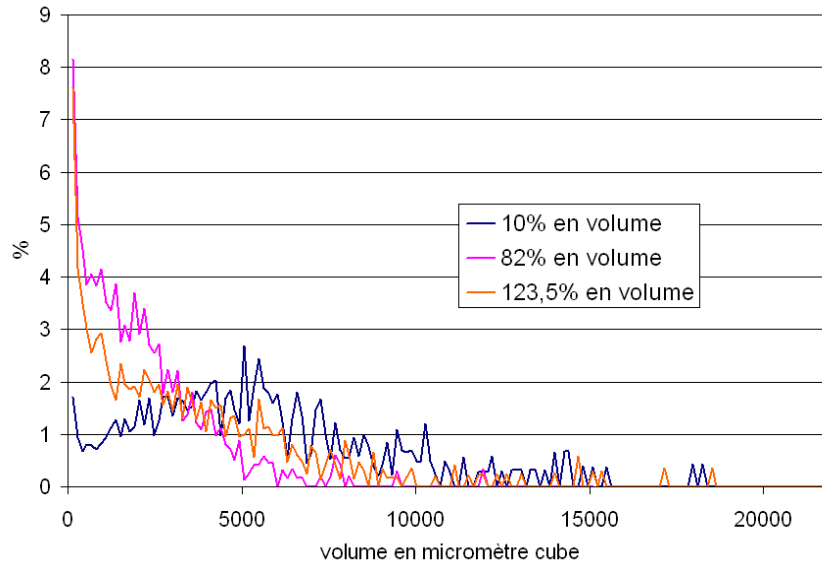


FIG. 6.3: Histogramme des volumes en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

géodésiques et représente 33,6% de la population en nombre des particules. Le second pic, correspond à une longueur géodésique de 110 voxels c'est à dire  $77\mu m$  et représente 4,48% de la population en nombre des particules intermétalliques.

L'histogramme des longueurs géodésiques mesurées sur le 82%, montre une diminution rapide de la longueur géodésique en fonction du pourcentage en nombre de la population, 41,23% des particules ont une longueur géodésique comprise entre 1 et 10 voxels (soit 0,7 et  $7\mu m$ ).

Au cours du laminage industriel entre les états 10 et 82% de déformation, nous constatons que les longueurs géodésiques mesurées diminuent dans la population des particules intermétalliques. Ainsi les longueurs géodésiques comprises entre 70 et 160 voxels représentent 25% de la population pour le matériau déformé à 10% et seulement 7% de la population pour l'alliage déformé à 82 et 123,5%.

**Étude de l'évolution des histogrammes des paramètres morphologiques mesurés en volume** Le test du  $\chi^2$  (tableau 6.1) montre qu'il existe par ailleurs une évolution significative entre les histogrammes mesurés en volume des paramètres morphologiques  $V$ ,  $S$ ,  $I_s$ ,  $IG_g$ ,  $L_g$ ,  $R_{norm}$ .

Nous observons sur les figures 6.3 et 6.4 qu'au cours du laminage la pro-

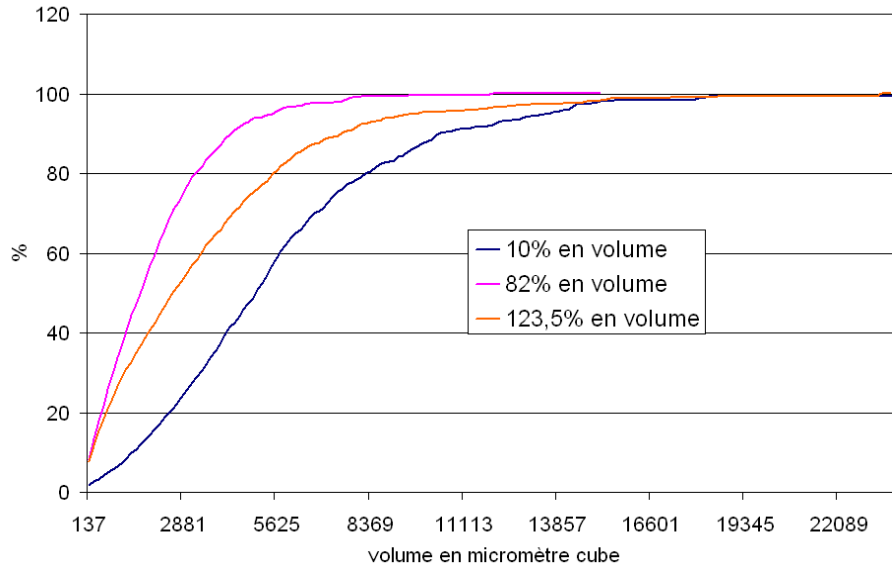


FIG. 6.4: Histogramme cumulé des volumes en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

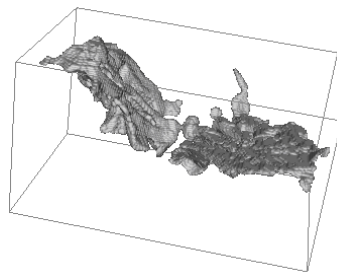


FIG. 6.5: Illustration de particules de volume très important ( $70\,000\mu m^3$ ) contenues dans AA5182 déformé à 19%, montrant un accolement de 2 inter-métalliques de volume plus petit.



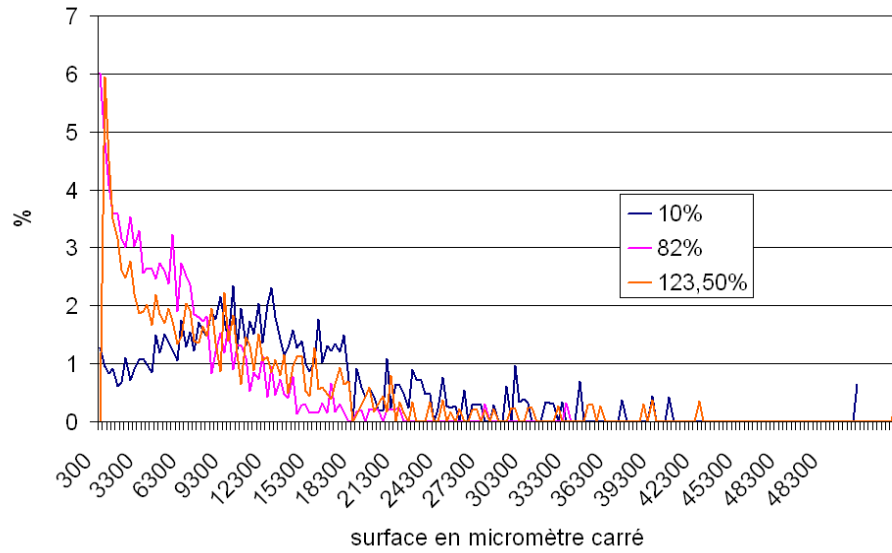


FIG. 6.6: Histogramme des surface en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

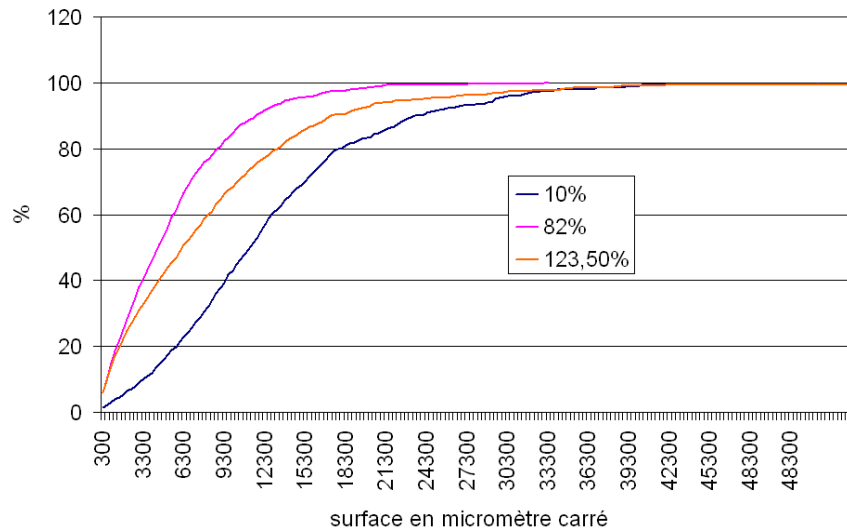


FIG. 6.7: Histogramme cumulé des surface en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

portion de particules de volume important diminue fortement. Ainsi la population de particules dont le volume est inférieur à  $3300\mu m^3$  est beaucoup plus importante dans le matériau déformé à 82 et 123,5% (environs 30% de la population en volume) que dans le 10% (5% en volume).

Il semble que les particules intermétalliques se fragmentent au cours du laminage sous l'effet des contraintes appliquées à la tôle. Nous remarquons également que le matériau 123,5% contient plus de particules intermétalliques de volume important que le 82%. En observant les particules de volume supérieur à  $10.000\mu m^3$  à l'aide du logiciel Aphelion© (figure 6.5), nous avons remarqué que ces particules correspondent à un accolement de particules intermétalliques de volume moins important. Ainsi la distribution est biaisée pour les volumes importants. En outre, la fraction volumique du 123,5% étant plus importante que celle du 10 et du 82%, les histogrammes en volume sont biaisés.

Les histogrammes mesurés en volume des surfaces figures 6.6 et 6.7 conduisent aux mêmes observations.

Les figures 6.9 et 6.8 représentent les histogrammes des indices de sphéricité (l'histogramme des indices de compacité est identique à un facteur  $6/\pi$  près). Nous observons qu'au cours du laminage les particules ont des indices de sphéricité et de compacité qui deviennent plus importants. Ainsi à 10% de déformation, 95% en volume de la population des particules intermétalliques possède un indice de sphéricité compris entre 0 et 0,11 (0 et 0,07 pour l'indice de compacité). À 82% de déformation, seulement 20% de la population a un indice de sphéricité compris entre 0 et 0,11.

Les figures 6.10 et 6.11 représentent les histogramme en volume des indices d'élongation géodésique des particules intermétalliques de la phase au fer des trois états de déformation 10, 82 et 123,5%. Sur ces figures, nous observons qu'il y a plus de particules d'indice d'élongation très faible dans les états très déformés, et que la proportion de particules allongées est également plus importante dans les états déformés.

Les figures 6.13 et 6.12 montrent les histogrammes en volume des longueurs géodésiques des particules intermétalliques de la phase au fer. Au cours du laminage nous observons que plus la déformation augmente, plus la longueur géodésique des particules diminue. Ainsi 54,6% en volume des particules du déformé à 10% ont une longueur géodésique comprise entre 0 et 70 micromètres contre 98% du déformé à 82% et 97,2% du 123,2%.

Les figures 6.14 et 6.15, présentent les histogrammes en volume des rayons normalisés. Nous observons que plus la déformation augmente plus les valeurs de  $R_{norm}$  sont faibles. Cela indique que la section minimale des particules  $R_{max}$  diminue au cours de laminage.

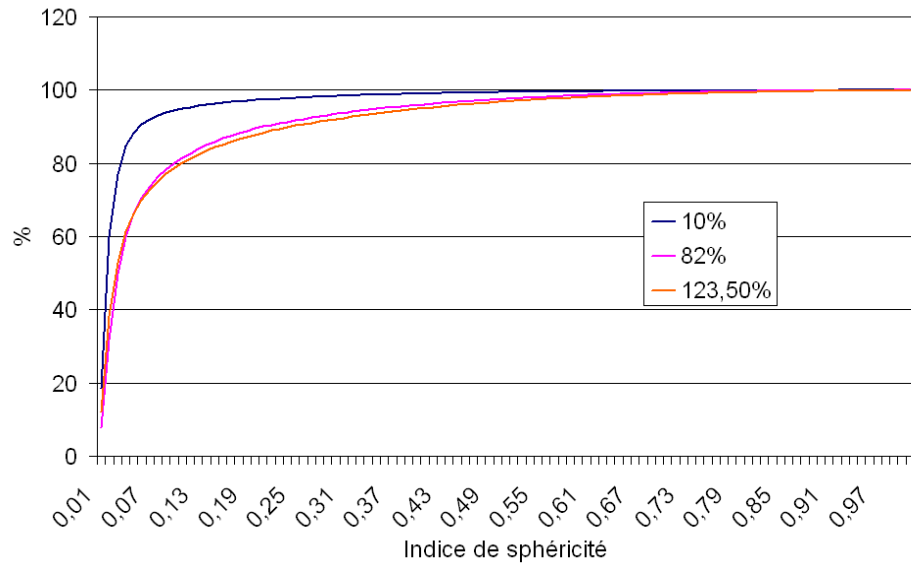


FIG. 6.8: Histogramme cumulé des indices de sphéricité en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé

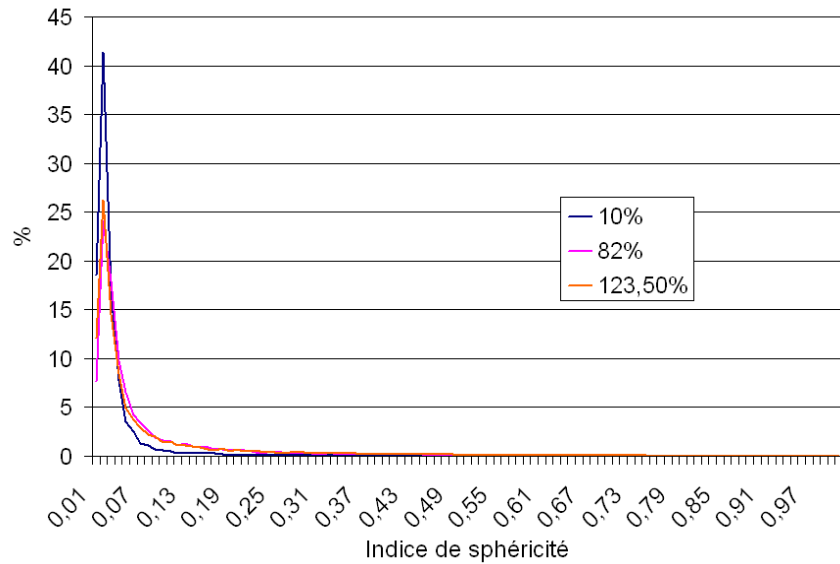


FIG. 6.9: Histogramme des indices de sphéricité en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé

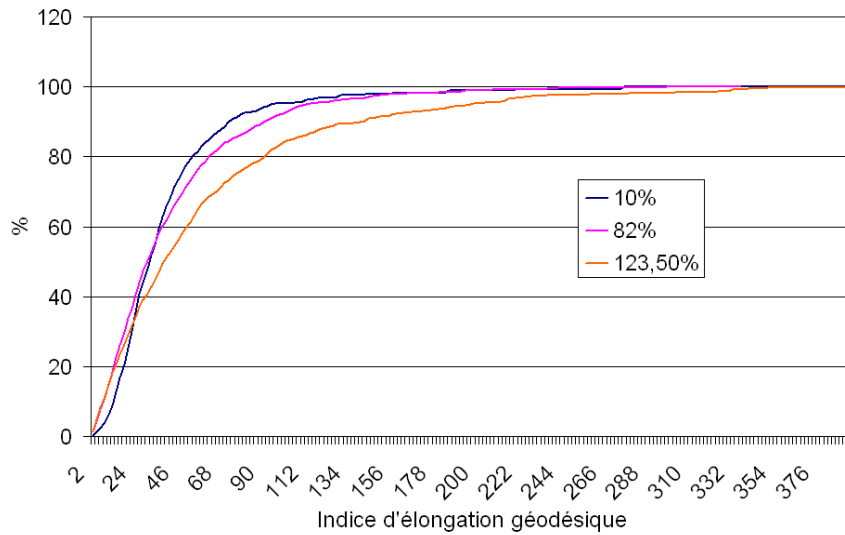


FIG. 6.10: Histogramme cumulé des indices d'élongation géodésique en volume des particules de la phases au fer dans AA5182

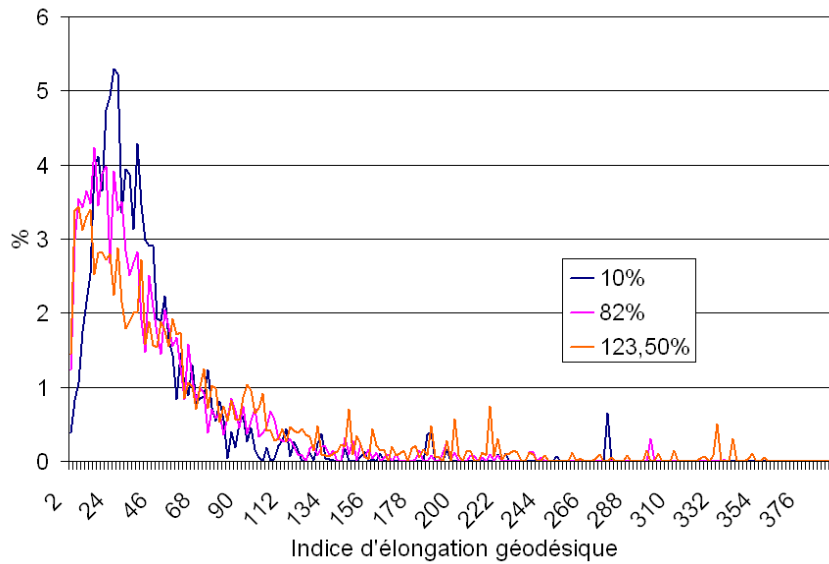


FIG. 6.11: Histogramme des indices d'élongation géodésique en volume des particules de la phases au fer dans AA5182

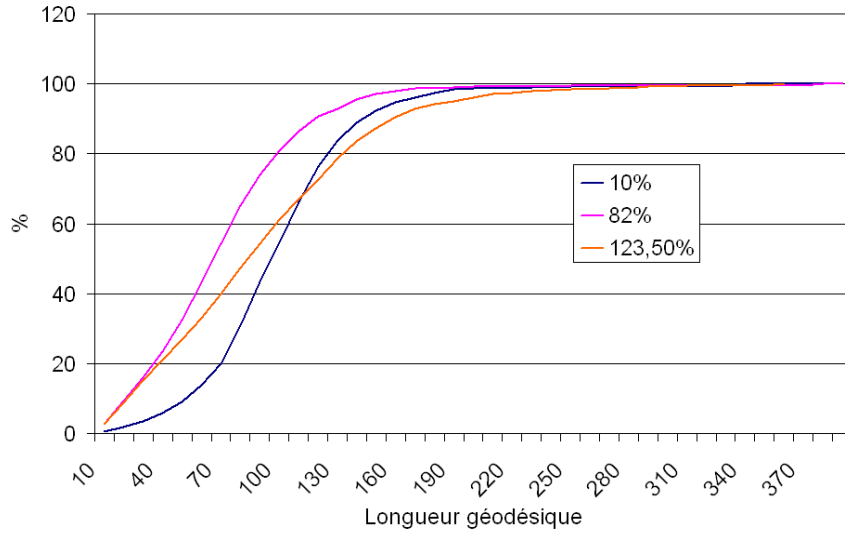


FIG. 6.12: Histogramme cumulé des longueurs géodésiques en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

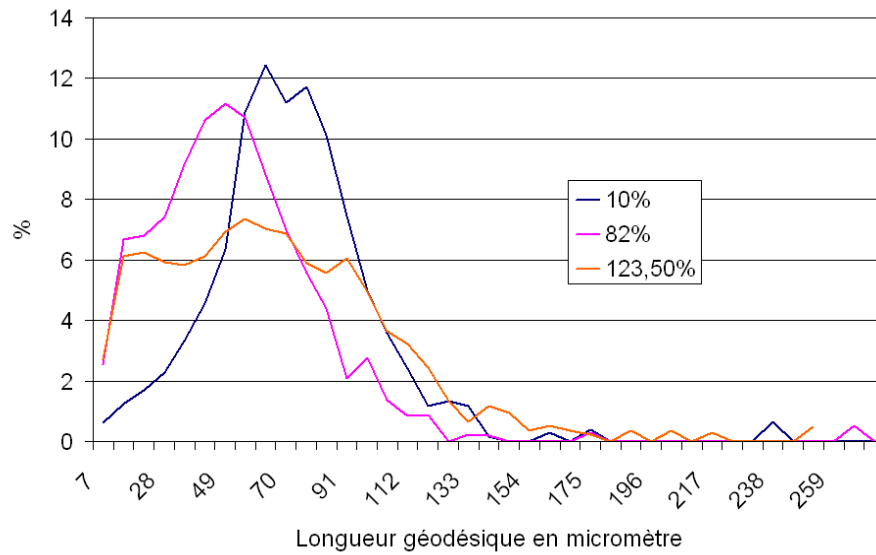


FIG. 6.13: Histogramme des longueurs géodésiques en volume des particules de la phases au fer dans AA5182

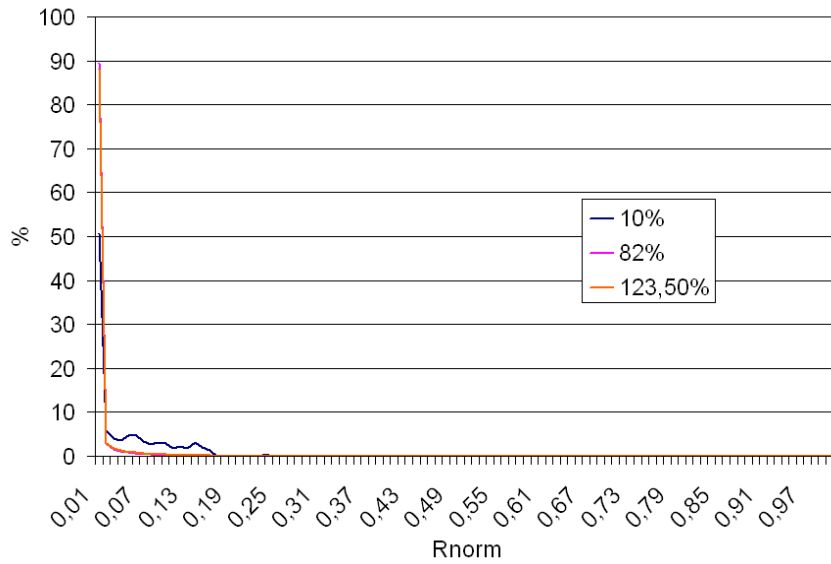


FIG. 6.14: Histogramme des rayons normalisés en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

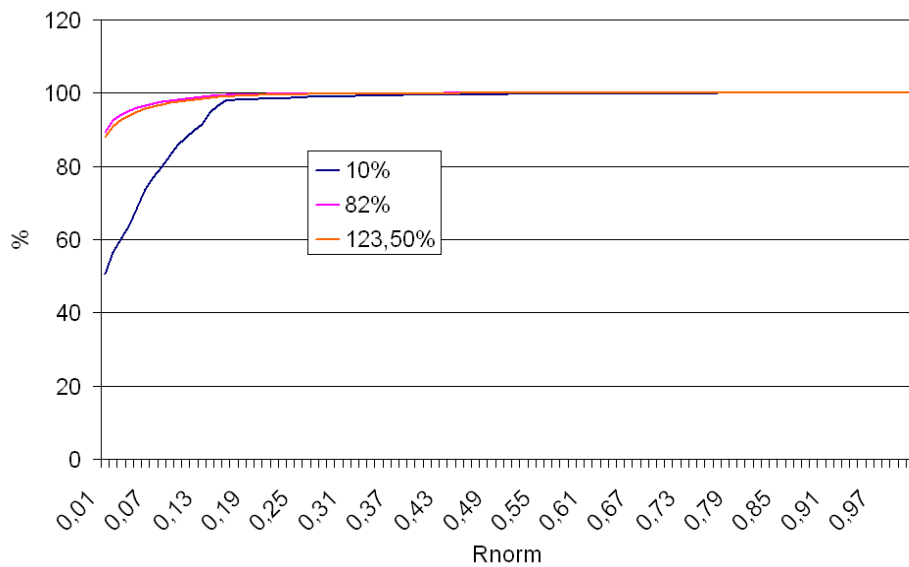


FIG. 6.15: Histogramme cumulé des rayons normalisés en volume des particules de la phases au fer dans AA5182 déformé à 10%, 82% et 123,5%

## Conclusion

Les histogrammes sur les mesures étudiée au cours du laminage montrent qu'il y a une évolution plus importantes au sein de la population des particules intermétalliques entre les déformations 10% et 82% qu'entre les déformation 82 et 123,5%.

L'évolution des histogrammes des paramètres morphologiques mesurés au cours du laminage, montre que le volume et la surface des particules intermétalliques diminuent lorsque la contrainte augmente. En outre, les particules ont des indices de sphéricité et de compacité qui augmentent, leur forme tend donc à être moins complexe. Enfin, l'indice  $R_{norm}$  diminue avec la déformation, ce qui suggère que les particules intermétalliques ont une section minimale qui diminue au cours du laminage.

### 6.1.3 Étude de l'évolution de l'orientation des particules intermétalliques au cours du laminage industriel

Dans ce paragraphe, nous proposons l'étude de l'évolution de l'orientation des particules intermétalliques de la phase au fer. Au chapitre 5, nous avons proposé pour déterminer la géométrie des particules, des paramètres basés sur la définition de leur matrice d'inertie. Nous avons vu qu'il était alors possible de déterminer l'axe principal d'inertie de la particule, ainsi que son orientation dans l'espace, à l'aide de la définition des angles d'Euler  $\theta$  et  $\varphi$ .

Nous étudions tout d'abord les histogrammes de la distribution des angles  $\theta$  et  $\varphi$ . Nous utilisons ensuite la projection stéréographique pour synthétiser l'information. Enfin, nous concluons sur l'évolution des orientations des particules au cours du laminage industriel.

#### Histogramme de la distribution des angles d'Euler

Pour chaque particule intermétallique de la phase au fer contenue dans la base de données, nous avons déterminé l'axe principal d'inertie.

Nous réalisons les histogrammes de la distribution des angles  $\theta$  et  $\varphi$  pour les états de déformations 10%, 82% et 123,5%.

**Histogramme de la distribution des angles  $\theta$**  Les figures 6.17, 6.18 et 6.19 présentent les histogrammes de la distribution en nombre des angles  $\theta$ . Nous remarquons qu'à 10% de déformation les angles  $\theta$  sont répartis quasiment uniformément. À cet état il n'y a donc pas de direction privilégiée prise par les particules dans le plan  $(xy)$  de l'image correspondant

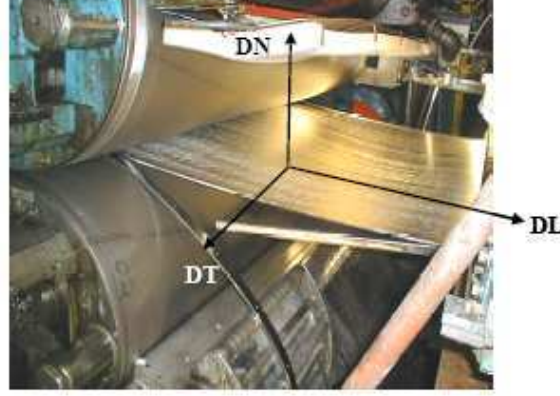


FIG. 6.16: Visualisation des axes DN (y), DL (x), DT (z) pendant le laminage d'une tôle.

au plan  $(\overrightarrow{DL}, \overrightarrow{DN})$  de la tôle (figure 6.16). Pour les états plus déformés, nous constatons que les axes principaux d'inertie des particules prennent des directions privilégiées pour des angles variant entre 60 et 120 degrés. Un maximum est observé autour de l'axe  $y$ . L'axe  $y$  de l'image correspond à l'orientation normale au laminage ( $\overrightarrow{DN}$ ).

D'après la définition de la matrice principale d'inertie à la section 5.1.3, la direction des particules intermétalliques est orthonormale à la direction de l'axe principal d'inertie, par exemple pour un disque plat l'axe principal d'inertie correspond à la normal au disque en son centre.

Les particules s'orientent dans le plan du laminage ( $\overrightarrow{DL}, \overrightarrow{DT}$ ) correspondant au plan  $xz$  de l'image (figure 6.16).

**Histogramme de la distribution des angles phi** L'histogramme de la distribution des angles  $\varphi$  montre une distribution avec une allure en cosinus. En effet l'élément de surface correspondant à un incrément  $(d\theta, d\varphi)$ , pour une sphère unité, est donné par l'équation 6.2. La fonction de distribution uniforme est donc définie par l'équation 6.3 (illustration figure 6.20).

$$f(\theta, \varphi) = A \frac{d^2 S}{d\theta d\varphi} = \frac{\frac{d^2 S}{d\theta d\varphi}}{\frac{1}{4} S_{totale}} \text{ avec } \theta \in \left[-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}\right] \text{ et } \varphi \in \left[0, \frac{\pi}{2}\right] \quad (6.2)$$



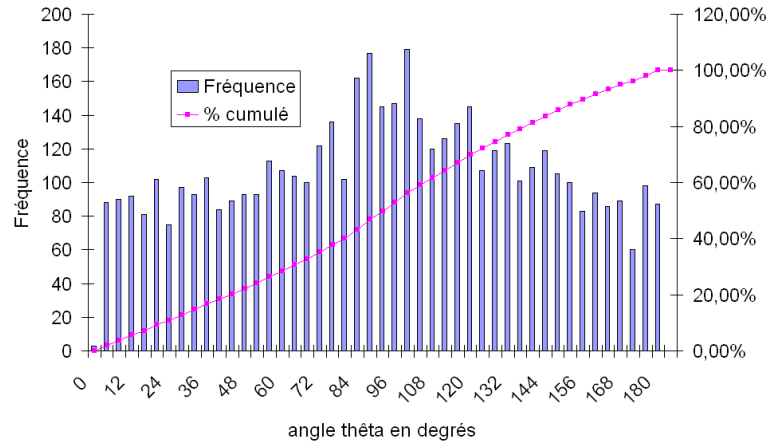


FIG. 6.17: Distribution des angles  $\theta$  de l'axe principal d'inertie avec les axes de l'image des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10%.

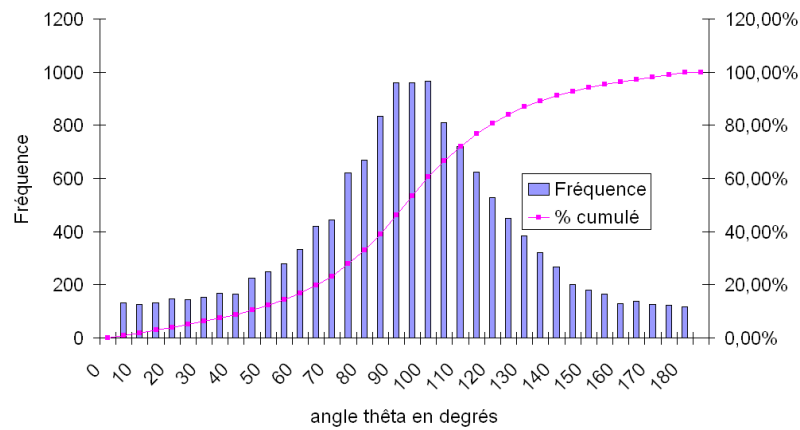


FIG. 6.18: Distribution des angles  $\theta$  de l'axe principal d'inertie avec les axes de l'image des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 82%.

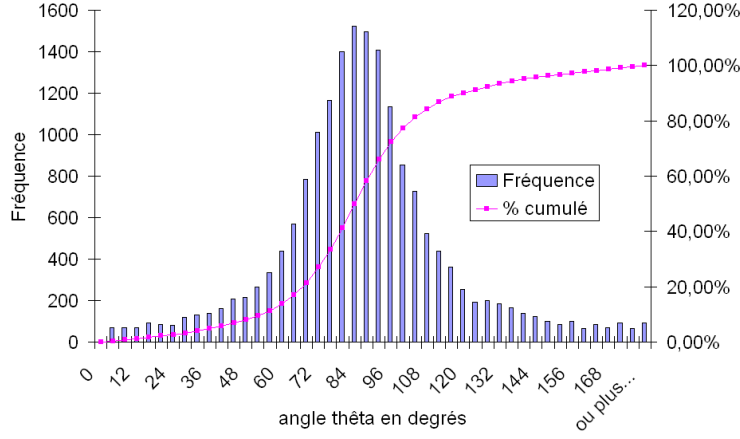


FIG. 6.19: Distribution des angles  $\theta$  de l'axe principal d'inertie avec les axes de l'image des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 123,5%.

$$g(\varphi) = \int_{\theta=-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} f(\theta, \varphi) d\theta = \int_{\theta=-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} \frac{\cos \varphi d\theta}{\pi} = \cos \varphi \quad (6.3)$$

On peut montrer par changement de variable que la densité de probabilité d'une fonction suivant une loi de densité en cosinus peut être ramenée à une loi uniforme en utilisant une fonction sinus.

Les figures 6.21, 6.22 et 6.23 présentent les histogrammes en nombre, ainsi que les histogrammes cumulés du sinus de l'angle  $\phi$  de l'axe principal d'inertie des particules intermétalliques de la phase au fer.

À 10% de déformation, la répartition des angles en  $\sin(\varphi)$  est uniforme. Il n'y a donc pas de direction privilégiée des axes principaux d'inertie des particules intermétalliques dans le volume de la tôle. Pour des déformations supérieures 82% et 123,5%, nous observons un changement de la répartition des angles en  $\sin(\varphi)$  : les axes principaux d'inertie s'orientent selon le plan  $(\overrightarrow{DN}, \overrightarrow{DL})$  perpendiculairement à l'axe  $z$ .

**Conclusion** Les particules intermétalliques s'orientent selon les plans  $(\overrightarrow{DL}, \overrightarrow{DT})$  correspondant au plan de laminage et les axes principaux d'inertie sont perpendiculaire à  $\overrightarrow{DT}$ . Les particules intermétalliques s'orientent donc suivant la direction de laminage  $\overrightarrow{DL}$ .

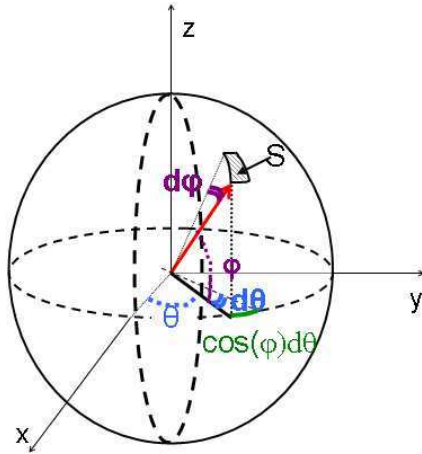


FIG. 6.20: Orientation des l'espace XYZ des angles thêta et phi par rapport à un élément de surface.

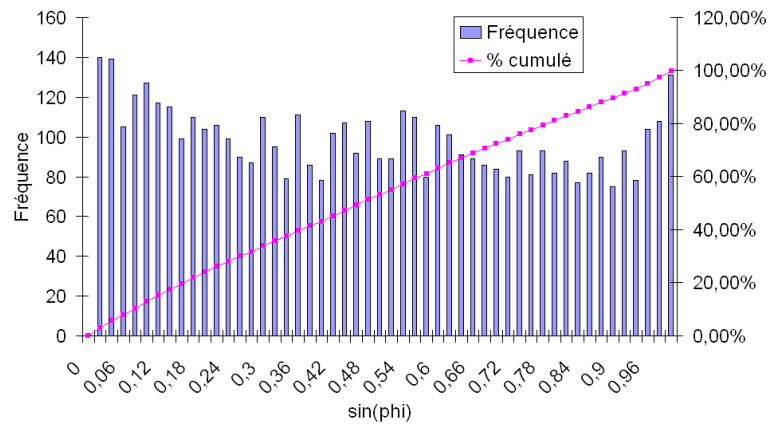
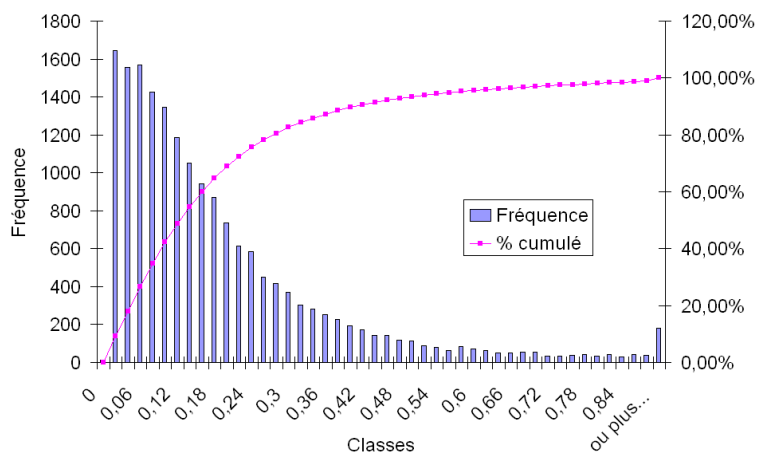
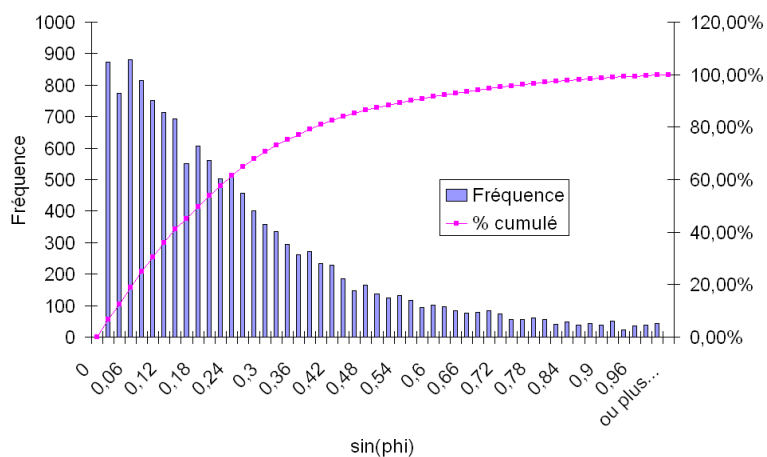


FIG. 6.21: Distribution du sinus des angles phi de l'axe principal d'inertie avec les axes de l'image des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10%.



### Projection stéréographique

La projection stéréographique représente la projection sur le plan  $xy$  de l'axe principal d'inertie de chaque particule (sur la sphère de rayon unité centrée en 0).

Cette visualisation nous permet d'observer l'orientation d'objets sous la forme d'une texture caractéristique, facilement compréhensible, et regroupant les informations à la fois sur l'angle  $\phi$  et sur l'angle  $\theta$ .

Les figures 6.24, 6.25, et 6.26 correspondent à la projection stéréographique des particules de la phase au fer aux taux de déformation 10, 82 et 123,5%. Les particules qui appartiennent à la demi sphère supérieure sont représentées en rose, celles qui appartiennent à la demi sphère inférieure sont en bleu.

Pour le matériau déformé à 10%, le graphe de la projection stéréographique (figure 6.24) présente une texture uniforme. Les axes principaux d'inertie n'ont pas d'orientation privilégiée.

Pour le matériau déformé à 82% (figure 6.25), la projection stéréographique montre une concentration plus importante des points au niveau du plan  $xy$  de la sphère unité. Les axes principaux d'inertie s'orientent dans le plan  $(\overrightarrow{DN}, \overrightarrow{DL})$ .

La projection stéréographique du matériau déformé à 123,5%, confirme cette tendance (figure 6.26). Nous observons que la concentration des axes principaux d'inertie se localise au niveau de l'axe  $y$  (correspondant à la direction normale au laminage). Les particules tendent donc à s'orienter suivant le plan  $(\overrightarrow{DL}, \overrightarrow{DT})$ .

### Conclusion

L'étude de l'orientation de l'axe principal des particules intermétalliques montre qu'au cours du laminage les particules intermétalliques s'orientent toutes dans la direction du laminage  $\overrightarrow{DL}$  (axe  $x$ ).

Les particules adoptent une position dans la tôle qui réduit l'effet des contraintes mécaniques appliquées au cours du processus de laminage.

## 6.2 Analyse factorielle des données de l'étude paramétrique

L'analyse directe des données mesurées par analyse paramétrique sur la population des particules intermétalliques de la phase au fer, montre qu'il est difficile d'interpréter les variations des paramètres indépendamment les

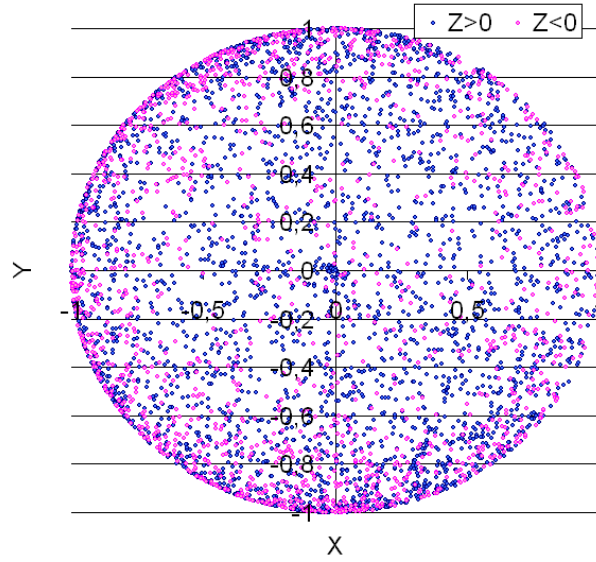


FIG. 6.24: Projection stéréographique de l'axe principal d'inertie de chaque particule intermétallique de la phase au fer de AA5182 déformé à 10%

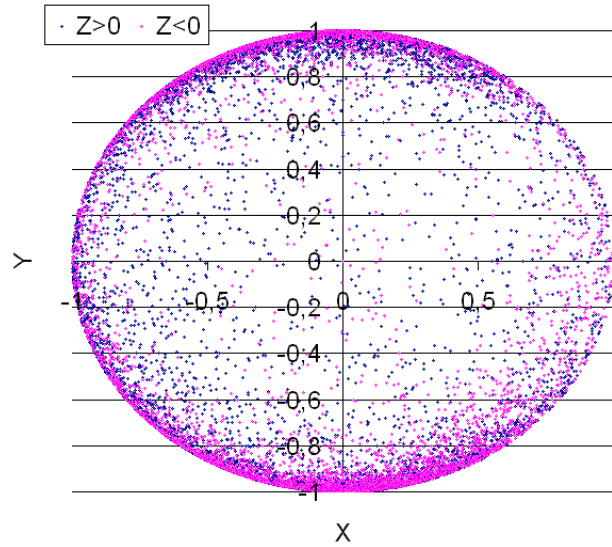


FIG. 6.25: Projection stéréographique de l'axe principal d'inertie de chaque particule intermétallique de la phase au fer de AA5182 déformé à 82%

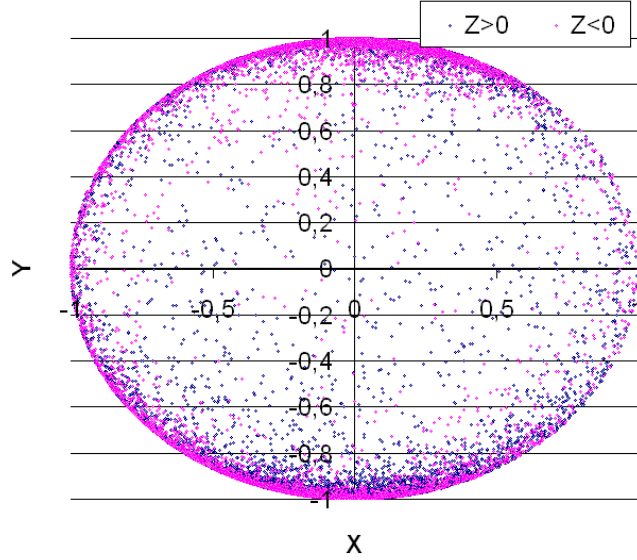


FIG. 6.26: Projection stéréographique de l'axe principal d'inertie de chaque particule intermétallique de la phase au fer de AA5182 déformé à 123,5%

uns des autres. Une étude plus générale doit être appliquée utilisant simultanément l'ensemble des paramètres. Le but de cette étude est de décrire la forme des particules intermétalliques en utilisant une information synthétisée à partir de l'analyse paramétrique réalisée au chapitre 5.

Cette analyse est illustrée sur la population des particules intermétalliques de type  $Al_x(Fe,Mn)$  de AA5182 déformé à 10% (4.922 individus), à 82%(13.279 individus), et sur la population des particules simulées (environs 14.800 individus, chapitre 4).

Dans une première partie, nous étudions la corrélation des paramètres. Ensuite, nous proposons une analyse des données basée sur la méthode de l'Analyse en Composantes Principales (ACP). Enfin, nous présentons une méthode de comparaison de deux populations d'intermétalliques dans l'espace des paramètres de l'ACP (ces études ont fait l'objet de publications [73], [74]).

### 6.2.1 Étude de la corrélation des paramètres mesurés

L'analyse des corrélations entre les différents paramètres mesurés est illustrée sur la figure 6.27. Nous constatons que pour les phases au fer, les mesures du volume  $V$  et de la surface  $S$ , ainsi que de l'indice de sphéricité  $I_s$  et du

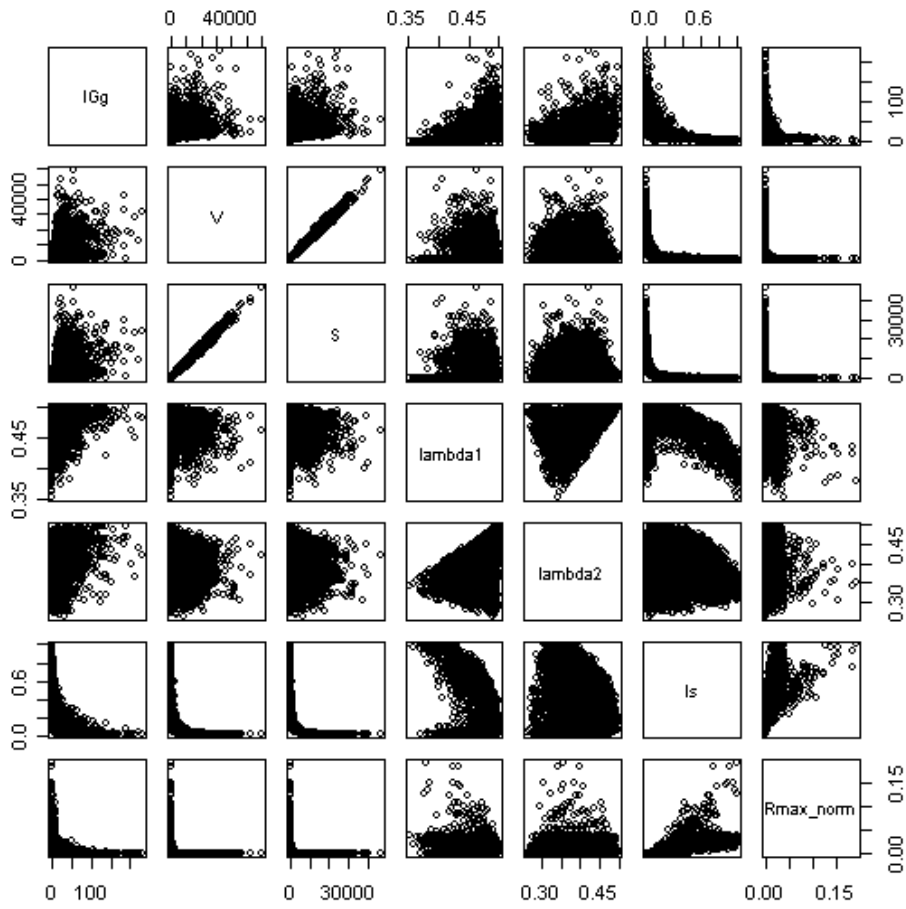


FIG. 6.27: Analyse des corrélations entre les paramètres morphologiques mesurés sur les particules de type  $\text{Al}_x(\text{Fe,Mn})$  de l'alliage d'aluminium 5182 déformé à 10%.



rayon normalisé  $R_{max-norm}$  sont corrélés.

Les paramètres les moins corrélés deux à deux sont étudiés par analyse factorielle des données. En effet, si tous les paramètres étaient utilisés, la corrélation entre eux donnerait trop de poids à un caractère unique surreprésenté. Aussi, les paramètres retenus pour l'analyse en composantes principales des particules intermétalliques sont : le volume, l'indice de sphéricité, l'indice d'élongation géodésique, et les deux valeurs propres normalisées de la matrice d'inertie  $\lambda_1$ , et  $\lambda_2$ .

## 6.2.2 L'analyse en composante principale

### Choix de la méthode

L'Analyse en Composantes Principales (ACP) est une méthode dont les principales idées ont été élaborées par Pearson [78], puis reprises par Hotelling [39].

À partir d'une population d'individus caractérisée par un ensemble de variables quantitatives, l'ACP structure et résume les variables. L'ACP permet donc de condenser les données en utilisant des combinaisons linéaires entre les variables.

Les variables ( $V$ ,  $Is$ ,  $IGg$ ,  $\lambda_1$ , et  $\lambda_2$ ) qui interviennent dans la description de la population des particules intermétalliques soumise à l'analyse, ont des significations différentes. Leurs valeurs ne sont pas directement comparables. Ainsi, les variables dont la variance est plus importante sont privilégiées lors de la recherche de la dispersion maximale. Il est alors nécessaire de transformer le tableau des données brutes (composé en ligne par les particules et en colonne par les mesures), pour que la variance empirique soit la même pour toutes les variables initiales (elle est égale à 1 par convention). Aussi, une ACP normée et centrée est utilisée pour l'analyse de la population des particules intermétalliques à partir des données paramétriques [14][20].

### Variance des axes

L'analyse en composantes principales des mesures effectuées sur la population des particules de la phase au fer contenues dans AA5182 déformé à 10%, a des valeurs propres dont les contributions correspondent aux pourcentages suivants :  $e_1 = 45,5\%$ ,  $e_2 = 28,5\%$ ,  $e_3 = 13,8\%$ ,  $e_4 = 8,0\%$  et  $e_5 = 4,2\%$ . Compte tenu des pourcentages obtenus, seuls les 3 premiers axes sont considérés comme représentatifs puisqu'ils représentent à eux seuls 87,8% de la variance des données.

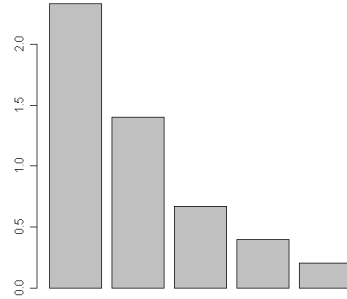


FIG. 6.28: Graphe des valeurs propres pour le matériau AA5182 déformé à 10%,  $\lambda_1 = 2,6064121$ ,  $\lambda_2 = 1,1161469$ ,  $\lambda_3 = 0,7413158$ ,  $\lambda_4 = 0,3510186$ ,  $\lambda_5 = 0,1851066$ .

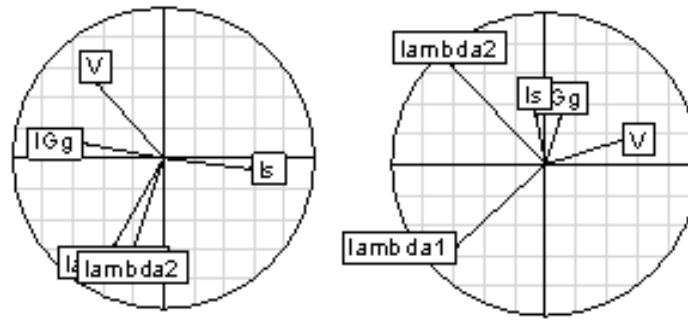


FIG. 6.29: Cercles des corrélations obtenus pour l'ACP des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10%, à gauche axe factoriel 1-2, à droite axe factoriel 2-3

### Relation entre l'espace des paramètres et l'espace de l'ACP

Chaque axe du nouvel espace de représentation de l'ACP, présente une corrélation plus ou moins significative avec l'espace des paramètres initiaux (les valeurs de la matrice de corrélation sont présentées dans le tableau 6.2.2, la visualisation est illustrée par les cercles de corrélation présentés par figure 6.29). Selon la proportion de corrélation avec les paramètres, nous interprétons les tendances que portent les axes principaux. Les tendances correspondent à un résumé des informations de l'espace des cinq paramètres initiaux ( $V$ ,  $ls$ ,  $IGg$ ,  $\lambda_1$ , et  $\lambda_2$ ) dans l'espace de l'ACP.

L'interprétation réalisée à partir des cercles de corrélations est représentée par des flèches sur la figure 6.30.

	axe 1	axe 2	axe 3
$IG_g$	-0.8125612	0.17137556	0.2916439
$V$	-0.6527556	0.63824672	0.1307573
$\lambda_1$	-0.5718716	-0.65410818	-0.4345357
$\lambda_2$	-0.3658750	-0.72518062	0.5362396
$I_s$	0.8849331	-0.09437903	0.3051406

TAB. 6.3: Matrice de corrélation des axes principaux de l'ACP avec les paramètres mesurés

**axe 1** Il est fortement corrélé positivement avec l'indice de sphéricité, et fortement corrélé négativement avec l'indice d'élongation géodésique et le volume. Selon cet axe, plus une particule est située à droite, plus elle a tendance à avoir une forme proche de celle de la sphère, et également une élongation et un volume faibles. De même, plus une particule est située à gauche plus elle est de forme allongée, et plus elle est volumineuse.

**axe 2** Il est fortement corrélé positivement avec le volume, et fortement corrélé négativement avec les deux valeurs propres normalisées de la matrice d'inertie,  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$ . L'axe 2 suggère ainsi, que plus une particule est volumineuse (de projection positive sur l'axe 2), plus ses paramètres d'inertie sont faibles. Ce qui signifie, que plus la particule est volumineuse plus sa distribution de masse est sphérique, tandis que les particules de petite taille (de projection négative sur l'axe 2) tendent à présenter une distribution de masse cylindrique ou plane.

**axe 3** Il est caractérisé par une différenciation entre les deux paramètres  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$ . Il présente des caractéristiques à rapprocher du graphe théorique de forme triangulaire  $\lambda_1 - \lambda_2$ . L'axe 3 nous permet de distinguer les objets dont la distribution de masse est plane, de ceux dont la distribution de masse est de type filaire. Les indices d'élongation géodésique et de sphéricité, présentent également une corrélation positive non négligeable avec cet axe. Ils complètent l'information fournie uniquement par le graphe  $\lambda_1 - \lambda_2$ .

### Population des particules intermétalliques projetées dans l'espace de représentation de l'ACP

Les interprétations physiques des axes de l'ACP nous permettent d'analyser le nuage de points formé par la projection des particules dans l'espace de l'ACP, et ainsi d'identifier des groupes d'individus présentant des similitudes

## 6.2. Analyse factorielle des données de l'étude paramétrique

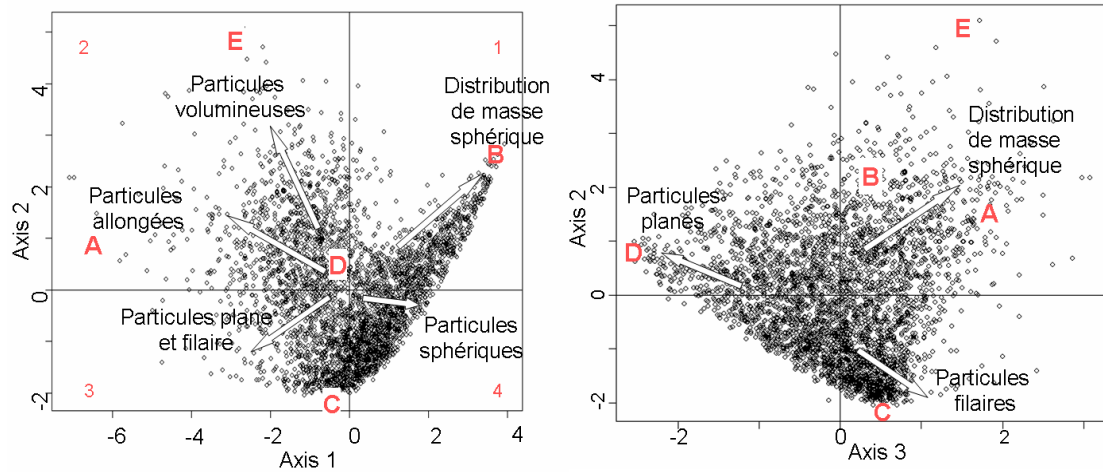


FIG. 6.30: Nuage des individus projetés dans l'espace de l'ACP, à gauche plan 1-2 avec superposition des tendances de formes, à droite plan 2-3 avec superposition des tendances de formes

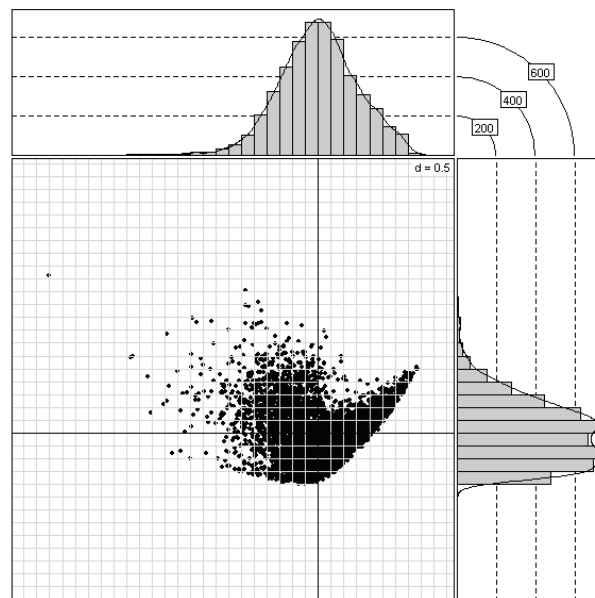


FIG. 6.31: Particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10 % projetées sur le plan formé par les axes 1 et 2 de l'ACP.

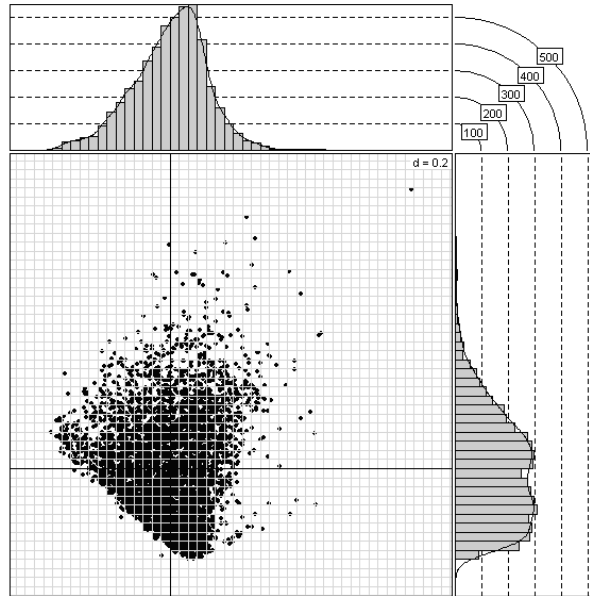


FIG. 6.32: Particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10 % projetées sur le plan formé par les axes 2 et 3 de l'ACP.

de forme. Sur les figures 6.30, 6.31 et 6.32, nous constatons que la forme des particules varie continûment. Le nuage formé reste en effet homogène.

Sur les figure 6.31 et 6.32, nous avons reporté les histogrammes marginaux correspondant à la projection du nuage des individus sur les axes principaux. Les histogrammes marginaux permettent de faciliter l'interprétation des graphes présentés sur la figure 6.30.

**Plan 1-2** À partir des figures 6.30 et 6.31, nous pouvons avancer que les petites particules (quadrants 1-4) sont plus nombreuses que les grandes (quadrants 2-3).

Dans le quadrant 1 tout d'abord, nous observons une distribution des individus en forme de pointe dans la direction opposée à  $\lambda_2$  et  $\lambda_1$ . Ce quadrant correspond aux particules ayant une distribution de masse sphérique ( $\lambda_2$  et  $\lambda_1$  faibles). Cela signifie que plus l'indice de sphéricité  $I_s$  est élevé, plus la distribution de masse devient sphérique. Les particules de l'extrémité de la pointe sont quasiment sphériques (voir la particule B de la figure 6.33).

Le quadrant 2 correspond aux particules caractérisées par un volume important. Le long de l'axe vertical en s'éloignant de l'origine,  $\lambda_2$  et  $\lambda_1$  deviennent aussi plus petits et la distribution de masse des particules devient de plus en plus sphérique (illustrées par la particule E de la figure 6.33). Le



FIG. 6.33: Cinq différents types de particule de type  $Al_x(Fe,Mn)$  contenus dans AA5182 déformé à 10% de gauche à droite particules A, B, C, D, E

long de l'axe horizontal en s'éloignant de l'origine, IGg devient grand et les objets sont de plus en plus allongés (illustrés par la particule A sur la figure 6.33).

Dans le quadrant 3,  $\lambda_2$  et  $\lambda_1$  deviennent grands. Nous trouvons les particules de distribution de masse cylindrique de type filaire (illustrées par la particule C figure 6.33).

Enfin, le quadrant 4 contient les particules de petite taille dont la distribution de masse n'a pas de tendance précise.

**Plan 3-2** Le nuage des individus projetés sur le second plan factoriel (figure 6.30), est caractérisé par une structure triangulaire. En effet, les axes 2 et 3 qui composent ce plan sont corrélés de façon importante aux paramètres de mesure  $\lambda_2$  et  $\lambda_1$ . La structure triangulaire observée correspond donc au triangle théorique des moments d'inertie à un paramètre d'échelle près (figure 5.3). Les tendances de formes expliquées au début de cette section sont reportées sur la figure 6.30. Ce plan factoriel permet de caractériser les particules intermétalliques à partir du type de leur distribution de masse. Les trois distributions de masse les plus éloignées (de type filaire, planaire, et sphérique), sont représentées respectivement par les particules C, D et E de la figure 6.33.

## Conclusion

L'analyse en composantes principales des mesure effectuées sur les particules intermétalliques de AA5182 déformé à 10%, permet d'obtenir un espace de représentation à trois dimensions comportant toute l'information. Les axes de cet espace ont été interprétés et reliés aux paramètres mesurés. Plusieurs tendances de formes dans la population des particules intermétalliques ont pu être mise en évidence quelque soit l'état de déformation de l'alliage étu-

dié : particules de type filaire, particules complexes de distribution de masse sphérique, particules en nappes, particules compacte, particules complexes allongées.

### 6.2.3 Comparaison de deux populations de particules intermétalliques

Dans ce paragraphe la méthode d'analyse morphologique de la forme par ACP, est utilisée dans le but de comparer deux populations de particules intermétalliques. L'analyse de l'évolution de la morphologie des particules intermétalliques au cours du processus de laminage à chaud est alors possible ; ainsi que la comparaison des populations de particules réelles et de particules simulées par le modèle de schéma booléen (chapitre 4).

#### Principe et mise en oeuvre

La comparaison de deux populations d'individus, est réalisée par projection d'une des deux populations dans l'espace de l'ACP de l'autre.

Nous avons écrit un code sur R©, qui réalise automatiquement la projection d'une population d'individus dans L'ACP de l'autre.

Nous effectuons une ACP normée et centrée sur la première population de particules. Nous considérons que la nouvelle population de particules correspond à des individus supplémentaires. La deuxième population est normée et centrée par rapport aux valeurs moyennes de la première population. Nous projetons la seconde population dans l'espace de L'ACP de la première. Nous comparons ensuite les deux populations.

#### Évolution de la forme des particules intermétalliques entre le matériau déformé à 10% et à 82%

La première population correspond ici aux particules de la phase au fer extraites de l'échantillon prélevé sur la tôle à 10% de déformation (étudiée à la section précédente), la seconde correspond à un état plus avancé du laminage 80% de déformation.

Ainsi, la comparaison de deux populations de particules intermétalliques est réalisée par projection de la population des phases au fer du 80% dans l'espace de l'ACP du 10%.

Dans AA5182 déformé à 80%, le nombre de particules a augmenté passant de 5.000 pour l'état 10% à environ 13.000. Sur la figure 6.34, nous observons également un changement de la forme du nuage de points projetés. Si nous calculons le nombre de particules dans chaque quadrant, nous constatons

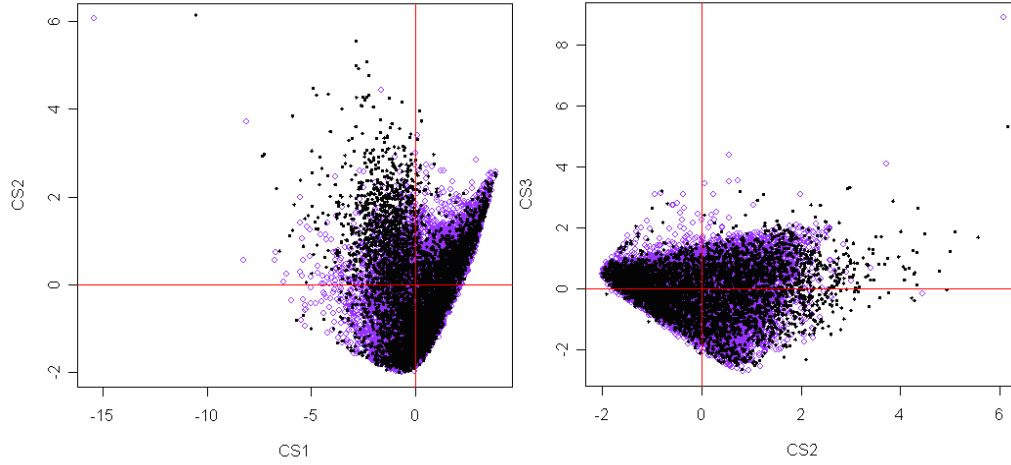


FIG. 6.34: Comparaison des populations des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé 82% (en violet) dans l'espace de l'analyse en correspondances principales du 10% (en noir), à gauche plan 1-2, à droite plan 2-3.

qu'il y a moins de particules dans le quadrant 2 au profit principalement du quadrant 4 qui correspond aux petits volumes. Comme nous le supposions, les particules de taille importante tendent à disparaître au profit de particules de type filaire et plan.

**Axe 1** Sur la figure 6.35, nous observons que la population des particules intermétalliques a tendance à se déplacer légèrement vers la droite de l'axe 1, et que l'histogramme se resserre autour de la valeur un, lorsque la déformation augmente. Les particules intermétalliques de volume et d'allongement importants tendent à disparaître au profit de particules de volume et d'allongement plus petits. Nous observons également que la proportion de particules de composante 1 supérieur à 2 ne varie pas. Les particules n'ont donc pas tendance à devenir plus sphériques au cours de la déformation.

**Axe 2** Sur la figure 6.36, nous observons que l'histogramme des particules selon l'axe 2 se resserre autour de la valeur zéro. Au cours de la déformation, les particules intermétalliques tendent à avoir des formes de volume plus petit et de distribution géométrique de la masse de type plane ou filaire.



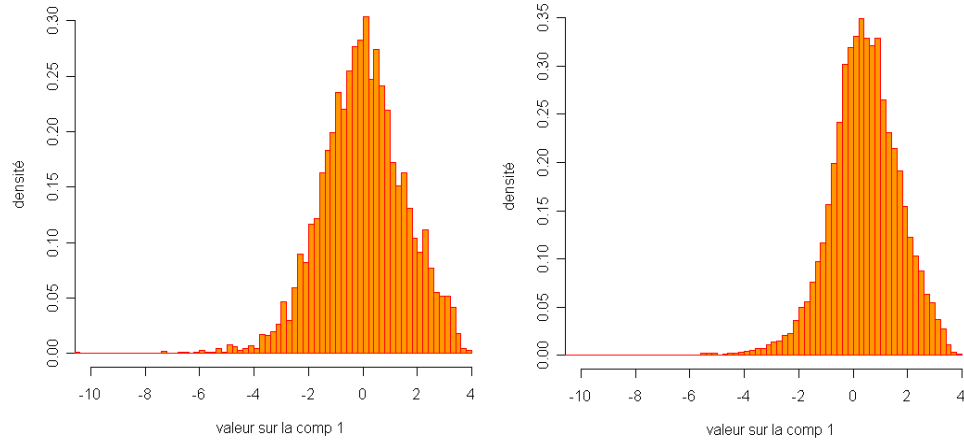


FIG. 6.35: Histogramme présentant la densité de particules selon le premier axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite à 82%.

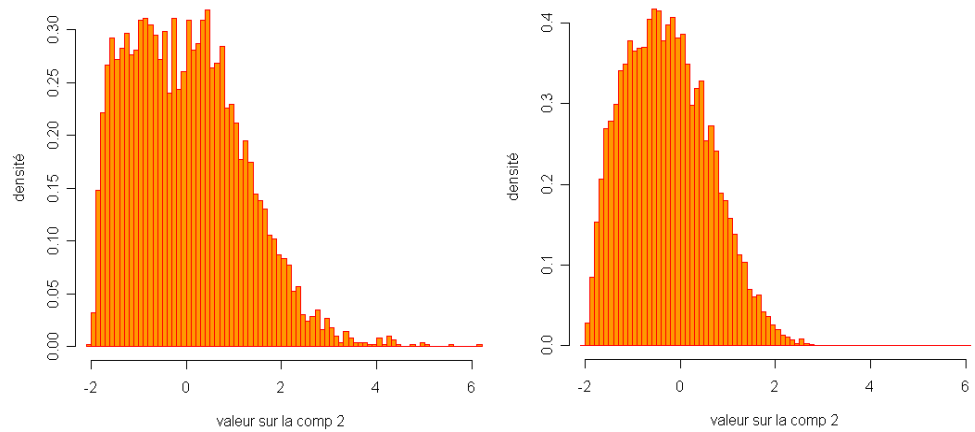


FIG. 6.36: Histogramme présentant la densité de particules selon le deuxième axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite à 82%.

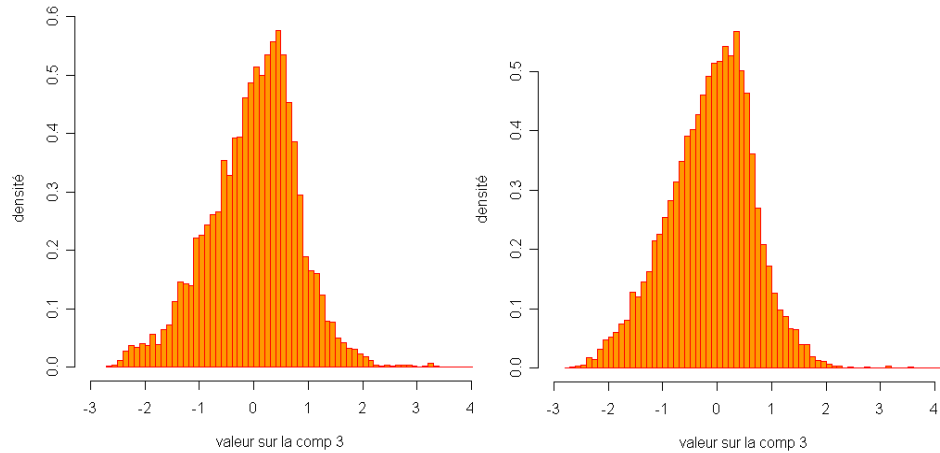


FIG. 6.37: Histogramme présentant la densité de particules selon le troisième axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite à 82%.

**Axe 3** La figure 6.37, montre qu'il n'y a pas d'évolution du nuage de particules suivant l'axe 3. L'axe 3 porte essentiellement une information sur la distribution de masse des particules. Nous constatons donc qu'au cours de la déformation la forme des particules reste identique.

**Conclusion** L'évolution de la population des particules au cours du laminage, est confirmée par l'analyse de la projection de la population des particules de l'alliage déformé à 82% dans l'analyse en composantes principales du 10%. Mécaniquement cela se traduit par le fait que les particules de taille importante se révèlent être les plus fragiles : plus la déformation augmente et plus elles sont brisées. Les fragments alors créés forment de nouvelles particules, plus petites, et de géométrie plus simple.

La projection de l'état de déformation 123,5% dans le 10% confirme les évolutions observées.

### Comparaison de l'état de déformation de référence au modèle simulé à l'aide de schéma booléen

La loi de densité des diamètres des grains primaires sphériques la mieux adaptée pour la description de l'alliage d'aluminium 5182 à partir d'un schéma

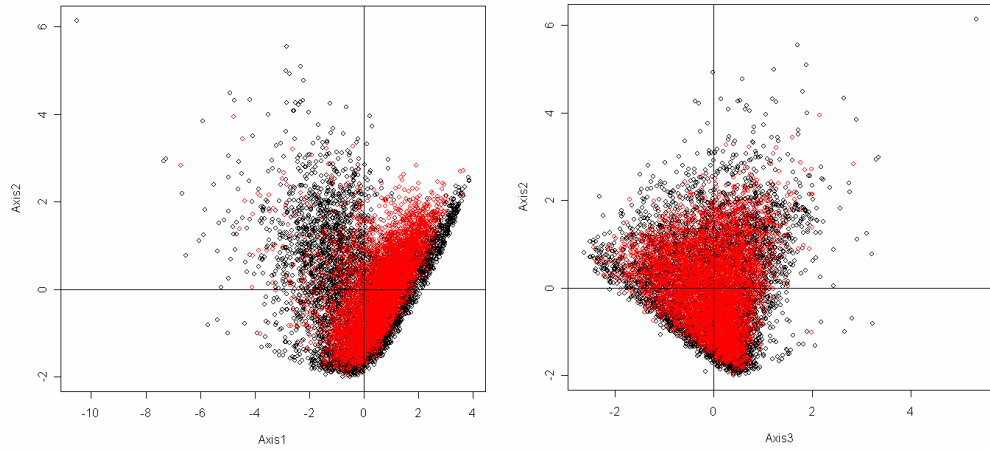


FIG. 6.38: Comparaison des populations des particules du matériau simulé (en rouge) dans l'espace de l'analyse en correspondances principales de AA5182 déformé à 10% (en noir), à gauche plan 1-2, à droite plan 2-3.

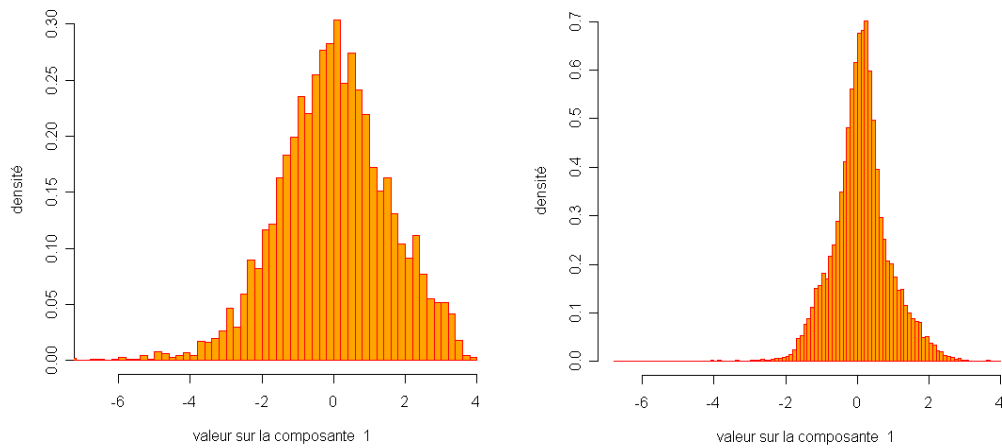


FIG. 6.39: Histogramme présentant la densité de particules selon le premier axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite population simulée.

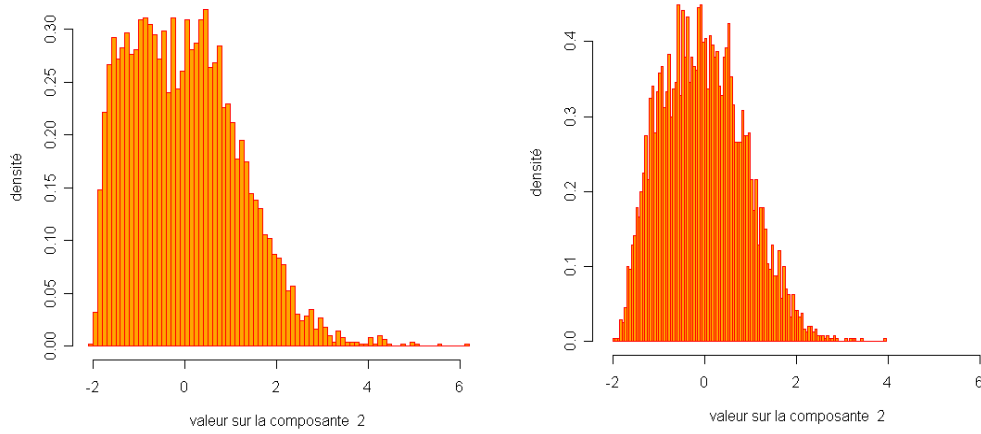


FIG. 6.40: Histogramme présentant la densité de particules selon le deuxième axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite population simulée.

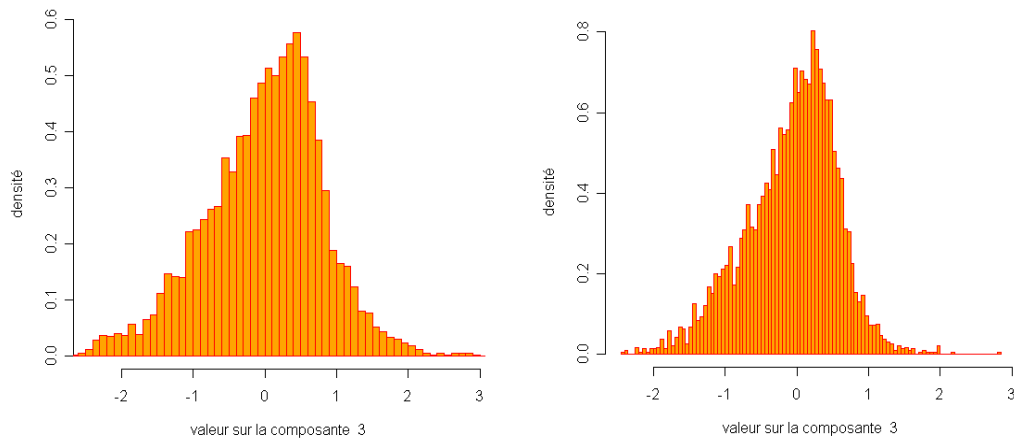


FIG. 6.41: Histogramme présentant la densité de particules selon le troisième axe de l'analyse en composantes principales du 10%. A gauche, population des intermétalliques à 10% de déformation, à droite population simulée.

booléen de sphères est la loi gamma de paramètres  $a = 1,52$  et  $b = 11$  (chapitre 4).

Les paramètres morphologiques des particules simulées sont mesurés. Nous projetons la population des particules simulées dans l'espace de l'analyse en composantes principales des particules intermétalliques réelles de type  $Al_x(Fe,Mn)$  (figure 6.38). Nous constatons que les nuages obtenus sont relativement proches selon le plan 2-3, et plus particulièrement selon l'axe 3 caractéristique de la distribution de masse des particules (voir les histogrammes unidimensionnels de la figure 6.41). La projection des nuage d'individus du matériau simulé diffère de la population des particules intermétalliques observées dans AA5182 sur le plan 1-2 et plus particulièrement selon l'axe 1 pour lequel les histogrammes présentés sur la figure 6.39 sont dissemblables.

Le nuage des particules simulées est moins éclaté que celui correspondant aux particules observées dans AA5182 déformé à 10%. Ainsi, nous observons dans la population des particules simulées, moins de particules simulées allongées et de volume important que dans la population de particules réelles. Nous remarquons également une diminution du nombre de particules sphériques de faible volume. En effet la figure 6.39, montre que l'histogramme des particules simulées par rapport à celui des particules intermétalliques observées dans l'alliage, se resserre autour de la valeur zéro.

L'ensemble du nuage des particules extraites de l'alliage est recouvert par le nuage des particules simulées; aussi il semble que l'ensemble des variétés des particules observées dans l'alliage d'aluminium 5182 puisse être simulé. Néanmoins, comme le montre les histogrammes 6.39, 6.40, et 6.41, la population de particules simulées ne reflète pas fidèlement la distribution statistiques des formes rencontrées dans l'alliage.

## Conclusion

La simulation de l'alliage d'aluminium 5182 par un schéma booléen de sphères, dont les diamètres aléatoires suivent une loi gamma, ne représente pas une bonne approximation du matériau réel. Néanmoins les formes des particules simulées sont proches de celles des particules observées. Il est donc possible d'effectuer des modélisations mécaniques de rupture sur des particules simulées extraites du modèle, et fidèles à la morphologie des intermétalliques.

## 6.3 Classification des particules intermétalliques

L'objectif de la classification est de regrouper les particules intermétalliques en fonction de leur forme, de manière à obtenir des familles de particules homogènes possédant des similitudes de comportement mécanique à la rupture.

Il existe deux types de méthode de classification [7][53][16][14] :

- la classification non hiérarchique. Elle produit une classification en un nombre fixé de classes
- la classification hiérarchique ascendante. Elle regroupe les éléments deux à deux en fonction de leur similitude, jusqu'à obtention d'une classe unique.

Dans le cas de la classification des particules intermétalliques de la phase au fer, nous n'avons pas de connaissance a priori sur le nombre de groupe de particules à constituer, nous effectuons donc une Classification Hiérarchique Ascendante (CHA).

### 6.3.1 La classification hiérarchique ascendante

La Classification Hiérarchique Ascendante (CHA) repose sur un algorithme itératif composé de deux étapes. La première étape consiste à réunir les 2 objets les plus proches pour former un nouveau groupe. La seconde étape consiste à calculer la distance entre le groupe qui vient d'être créé et tous les autres. L'algorithme est le suivant :

1. à chaque étape les deux classes les plus proches sont recherchées,
2. fusion des deux classes,
3. on continue jusqu'à ce qu'il n'y est plus qu'une seule classe.

Plusieurs méthodes de CHA existent, selon le critère d'agrégation qui est employé. Dans le cas de la classification des particules intermétalliques dans l'espace de représentation de l'analyse en composantes principales, nous utilisons la méthode de Ward.

#### La méthode de Ward

Elle est utilisée lorsque les individus sont des points d'un espace euclidien [88]. C'est une méthode de classification basée sur un critère d'inertie. Ainsi, le critère de regroupement lorsque nous passons d'une partition en  $k + 1$  classes à une partition en  $k$  classes est le suivant : les deux classes pour

lesquelles la perte de l'inertie est la plus faible sont fusionnées. Cela revient à réunir les deux classes les plus proches, en prenant comme distance  $D$  entre deux classes la perte de l'inertie encourue en les regroupant.

La classification obtenue faisant intervenir les notions de dispersion inter et intra classes, est dite d'ordre deux.

Nous remplaçons le tableau des distances  $D$  entre les  $n$  points par le tableau delta des distances modifiées :

$$\delta_{i,j} = \frac{P_i \cdot P_j}{P_i + P_j} d^2(g_i, g_j)$$

$P_i$  correspondent à la probabilité de l'effectif  $i$ , et  $d^2(g_i, g_j)$  la distance entre les centres de gravités des effectifs  $i$  et  $j$ .

### Dendrogramme ou arbre hiérarchique

La CHA conduit à l'obtention d'une hiérarchie de partitions en  $n$  classes, représentées sous la forme d'arbres, appelés dendrogrammes (figure 6.42). Le dendrogramme permet de visualiser les  $n - 1$  étapes de la classification des individus conduisant à l'obtention d'une classe unique.

Une troncature à un niveau donné de l'arbre, fournit une partition de l'ensemble. Le but de la CHA est d'indiquer globalement la présence de groupes. Si à un niveau du dendrogramme l'inertie intra classe augmente brutalement et fortement, nous considérons que la vision de groupes ou sous ensembles dans les données est pertinente.

#### 6.3.2 Résultats de la classification des particules intermétalliques de AA5182 déformé à 10%

La figure 6.42 représente le dendrogramme obtenu par la méthode de Ward sur la population des particules intermétalliques de la phase au fer contenue dans l'alliage d'aluminium 5182 déformé à 10%. Le choix du nombre de classes par coupure de l'arbre est obtenu visuellement. Nous observons sur la figure 6.42 que les niveaux d'agrégation varient de 0 à 1800. Les derniers noeuds, visualisés par des droites en pointillés rouges sur la figure 6.42, représentent des sauts d'agrégation importants. Nous pouvons espérer une partition de bonne qualité de la population en élaguant l'arbre entre les noeuds d'indices 541 et 992, 4. En effet, une coupure à ce niveau du dendrogramme présente le plus grand saut entre les niveaux d'agrégation de la partition.

L'élagage du dendrogramme pour un niveau d'agrégation compris entre 540 et 990, conduit à une partition de la population des particules intermétalliques en cinq classes.

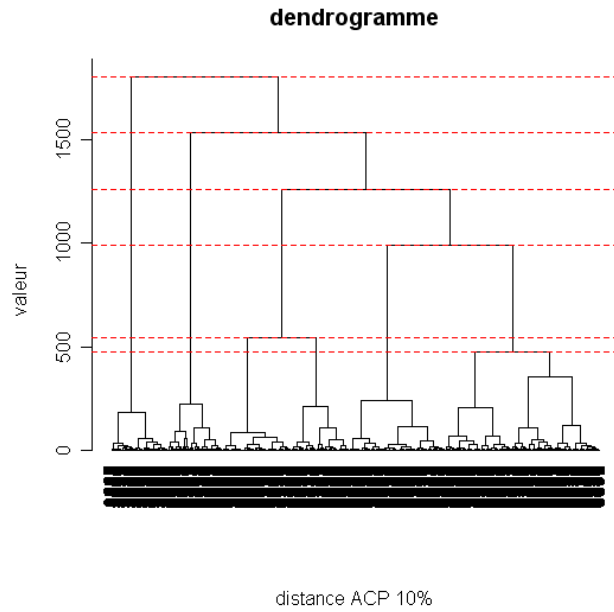


FIG. 6.42: Partition de la population des particules intermétalliques de la phase au fer de AA5182 déformé à 10%. CHA obtenue par la méthode de Ward.

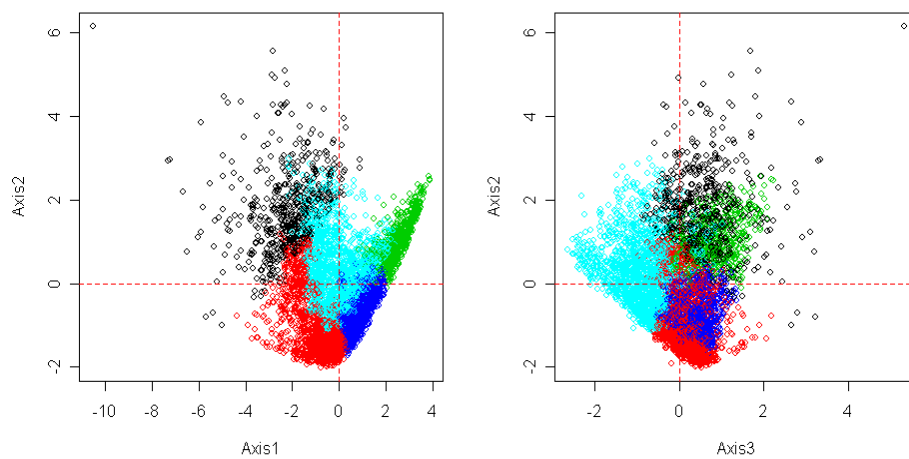


FIG. 6.43: Résultat de la partition en 5 classes par la méthode de Ward dans l'espace de l'ACP du nuage des particules intermétalliques de AA5182 déformé à 10%. A gauche plan 1-2 de l'ACP, à droite plan 3-2.



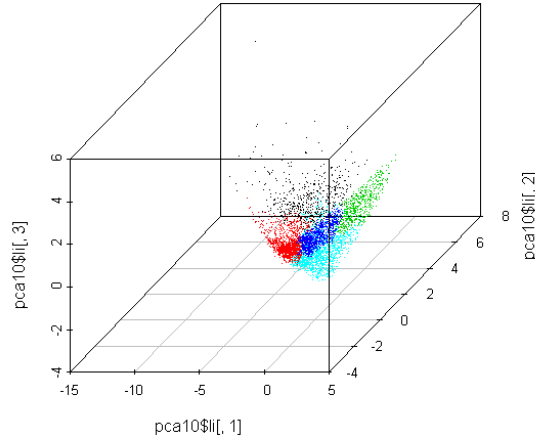


FIG. 6.44: Visualisation tridimensionnelle de la partition en 5 classes par la méthode de Ward dans l'espace de l'ACP du nuage des particules intermétalliques de AA5182 déformé à 10% .

Les figures 6.43 et 6.44, représentent la partition en cinq classes des particules intermétalliques obtenue par la méthode de Ward.

Nous observons que la partition obtenue correspond globalement aux tendances de formes analysées au paragraphe 6.2.2, et illustrées par les particules A B C D de la figure 6.33) :

famille	particule
type 1	B
type 2	A-E
type 3	C
type 4	-
type 5	D

### Particule de type 1

Le premier groupe identifié par une couleur verte sur les figures 6.43 et 6.44, représente 11,62% de la population des intermétalliques de la phase au fer. Les particules appartenant à cette population sont de forme : compacte, peu allongée, assez sphérique (variant entre des formes sphériques et ellipsoïdales prolates peu allongées). Les formes types de cette population sont illustrées sur la figure 6.45.

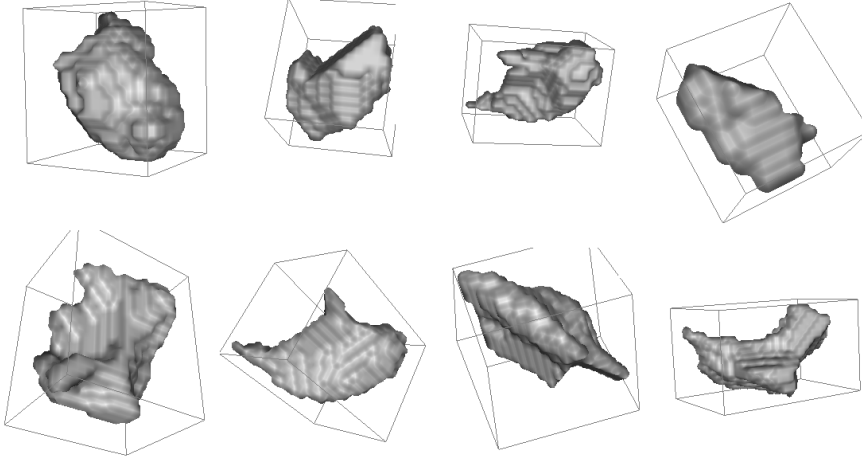


FIG. 6.45: Visualisation de particules intermétalliques contenues dans AA5182 déformé à 10% de type 1.

#### Particule de type 2

Le deuxième groupe identifié par une couleur noire sur les figures 6.43 et 6.44, représente 10,87% de la population des intermétalliques. Les particules appartenant à cette population sont caractérisées par :

- un allongement assez important ( $\overline{IGg} = 55$ ),
- un volume important supérieur à  $3.430\mu m^3$  (soit trois fois supérieur au volume moyen des particules intermétalliques de la phase au fer contenues dans AA5182 déformé à 10% égal à  $1156\mu m^3$ ),
- un indice d'inertie normalisé  $\lambda_1 > 0,4$  ( $\overline{\lambda_1} = 0,45$ ).

Les formes types de cette population sont illustrées sur la figure 6.46.

#### Particule de type 3

Le troisième groupe identifié par une couleur rouge sur les figures 6.43 et 6.44, représente 26,17% de la population des intermétalliques. Les particules appartenant à cette population sont caractérisées par un allongement important dans une direction de l'espace. Leur distribution de masse est de type cylindrique filaire avec un indice d'inertie normalisée  $\lambda_2 > 0,4$  ( $\overline{\lambda_2} = 0,45$ ).

Les formes types de cette population sont illustrées sur la figure 6.47.

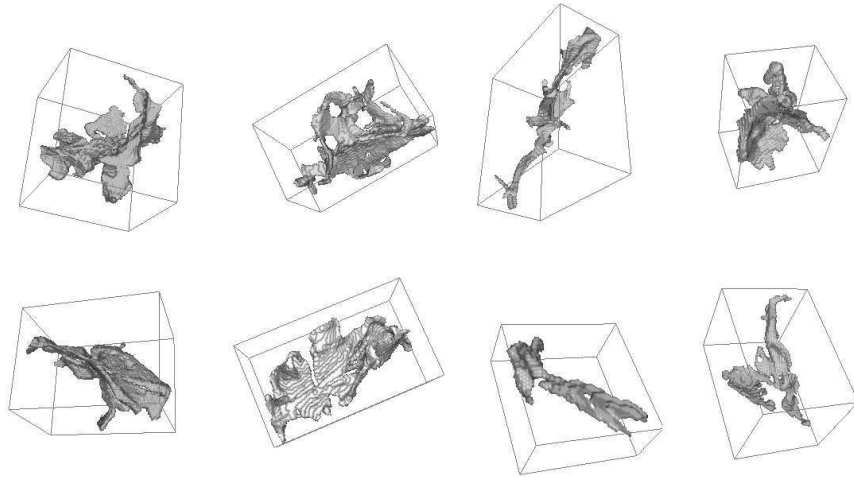


FIG. 6.46: Visualisation de particules intermétalliques contenues dans AA5182 déformé à 10% de type 2.

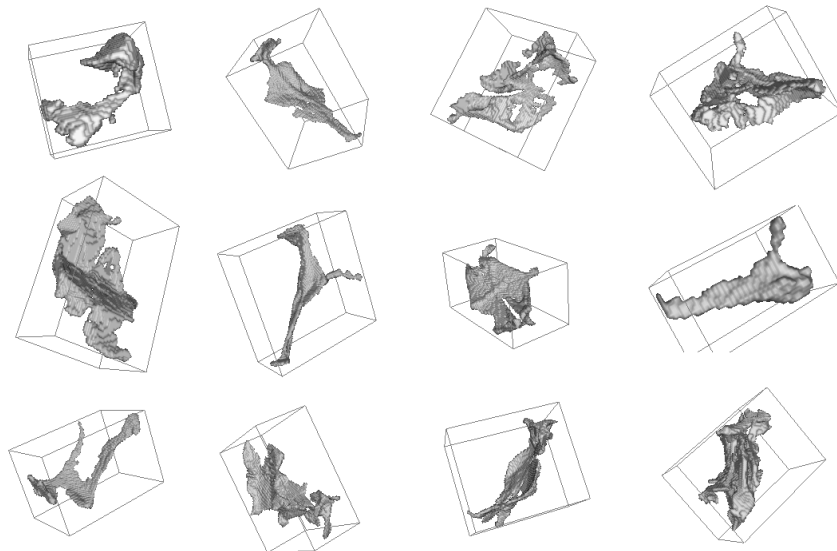


FIG. 6.47: Visualisation de particules intermétalliques contenues dans AA5182 déformé à 10% de type 3.

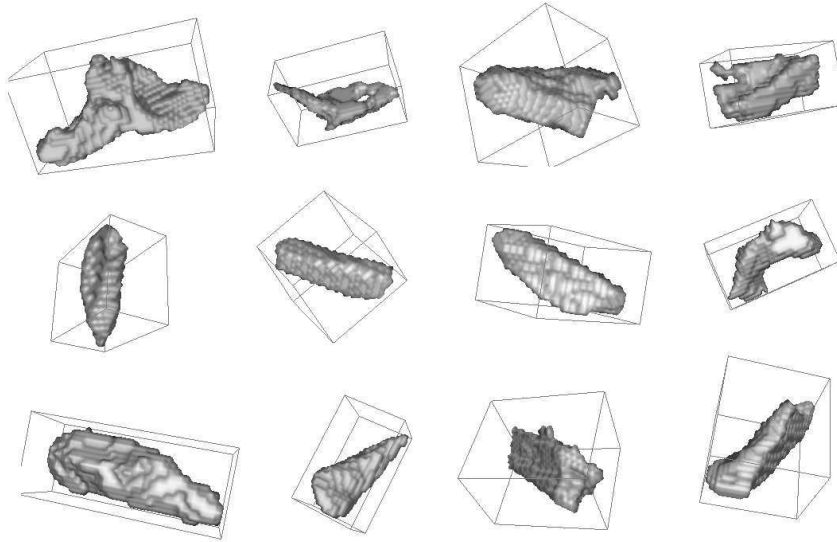


FIG. 6.48: Visualisation de particules intermétalliques contenues dans AA5182 déformé à 10% de type 4.

#### Particule de type 4

Le quatrième groupe identifié par une couleur bleue sur les figures 6.43 et 6.44, représente 19,65% de la population des intermétalliques. Les particules appartenant à cette population sont caractérisées par une forme en cigare de type ellipsoïde prolata, proche de la distribution de masse cylindrique de type filaire.

Les formes types de cette population sont illustrées sur la figure 6.48.

#### Particule de type 5

Le cinquième groupe identifié par une couleur turquoise sur les figures 6.43 et 6.44, est le groupe le plus important, il représente 31,6% de la population. Les particules appartenant à cette population sont caractérisées par des portions de particules de type plan.

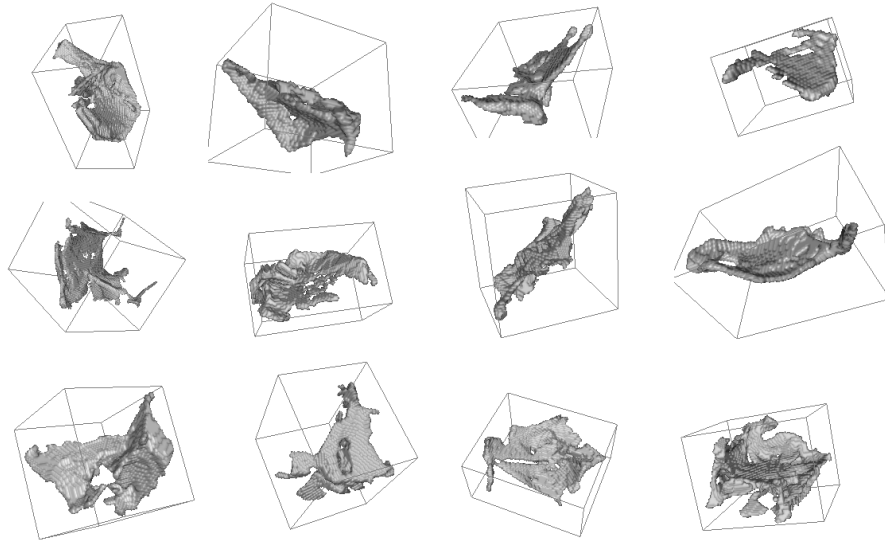


FIG. 6.49: Visualisation de particules intermétalliques contenues dans AA5182 déformé à 10% de type 5.

### 6.3.3 Évolution des cinq familles de particules au cours du laminage à chaud

#### Méthode

Dans la section précédente, nous avons déterminé 5 familles de particules par la méthode de classification hiérarchique ascendante dans l'espace de l'analyse en composantes principales. Les familles de particules définissent des régions précises dans l'espace de l'ACP. Ainsi, nous pouvons calculer pour chaque type de famille son centre d'inertie ; ses coordonnées correspondent à la moyennes des coordonnées des particules constituant la famille.

Nous pouvons pour chaque particule d'un état de déformation, une fois projetée dans l'espace de l'analyse en composantes principales du matériau déformé à 10%, calculer ses distances euclidiennes  $d_i$  ( $i$  variant de 1 à 5) par rapport aux cinq centres d'inertie définis pour chaque famille de particules.

L'espace de l'analyse en composantes principales est régionalisé en cellules de voronoï dont les centres correspondent au centre d'inertie. Il est alors possible de dénombrer les particules dans chaque région.

### 6.3. Classification des particules intermétalliques

	10%	82%	123,5%	évolution
type 1	11,62%	15,06%	18,74%	↗ ↗
type 2	10,87%	2,12%	2,72%	↘ →
type 3	26,17%	24,54%	20,65%	↘ ↘
type 4	19,65%	29,93%	35,40%	↗ ↗
type 5	31,6%	28,36%	22,45%	↘ ↘

## Résultats

Le tableau 6.3.3 présente l'évolution des pourcentages de particules présentes dans chaque famille dans l'alliage d'aluminium au cours du procédé industriel de laminage à 10, 82 et 123,5% de déformation.

Nous constatons que la population des particules des familles de type 1 et 4 augmente. Ces deux familles correspondent à des particules compactes de faible dimension.

La famille de particules de type 2 a un effectif qui diminue beaucoup pour un taux de déformation compris entre 10% et 82%, puis qui reste constant par la suite. Ce phénomène traduit la fragmentation des particules complexes de dimension importante vers des particules plus simples. Les bouts des particules fragmentées sont ensuite classés dans d'autres familles. Les particules complexes qui ne sont pas brisées au début du laminage ne le sont pas pour des taux de déformation plus importants.

Nous observons un comportement identique des familles de particules de type 3 et 5 (c'est à dire de type allongé et de type plan) correspondant à une diminution des effectifs des deux classes. La diminution est d'abord faible entre les états de déformation 10 et 82%, puis s'accélère avec la déformation.

### 6.3.4 Conclusion

Nous avons déterminé 5 familles de particules :

- Les particules de type 1 sont compactes, peu allongées, et assez sphériques.
- Les particules de type 2 sont complexes. Elles ont un volume important et sont assez allongées.
- Les particules de type 3 sont caractérisées par un allongement important dans une direction de l'espace.
- Les particules de type 4 ont une forme caractéristique en cigare.
- Les particules de type 5 sont caractérisées par une surface présentant de grande portion d'interface plane.

Au cours du laminage, les familles de particules de type 1 et 4 ont un effectif croissant. Il traduit d'une part la fragmentation des particules plus complexes contenues dans les autres familles, mais également la plus grande robustesse de ces particules aux sollicitations mécaniques appliquées lors du laminage.

Les particules de type 2, sont brisées au début du laminage entre 10% et 82% de déformation ; puis, elles ne semblent plus affectées par les contraintes appliquées.

Les particules de type 3 et 5 présentant des directions privilégiées dans l'espace, voient leur population diminuer au cours du laminage.

## 6.4 Conclusion

L'étude directe de l'évolution des mesures au cours du laminage sur les particules intermétalliques, nous a permis de mettre en évidence la fragmentation des particules. Au cours du laminage, les particules de volume important sont brisées au profit des particules plus petites.

L'évolution au cours du laminage des angles d'Euler  $\theta$  et  $\varphi$  montre que les particules s'orientent dans le sens du laminage diminuant ainsi l'effet des contraintes appliquées.

Les évolutions les plus importantes sont observées entre les états de déformation 10 et 82%. Les évolutions entre les états 82 et 123,5% confirment les tendances.

L'analyse factorielle des données, nous permet d'obtenir un espace de représentation pour les particules intermétalliques réduit à trois dimensions. Dans cet espace, les particules peuvent être classées en cinq familles. Les familles obtenues sont homogènes. Elles présentent des caractéristiques de formes déterminées :

- Le type 1 est constitué de particules compactes, peu allongées, et assez sphériques.
- Le type 2 est constitué de particules complexes, de volume important et assez allongées.
- Le type 3 est constitué de particules par un allongement important dans une direction de l'espace, ayant une distribution de masse cylindrique.
- Le type 4 est constitué de particules ayant une forme cigare.
- Le type 5 est constitué de particules de type "peau".

Au cours du laminage, nous avons mis en évidence l'évolution des familles de particules. Les familles de particules de type 1 et 4 constituées de particules compactes ont un effectif croissant. Il traduit d'une part la fragmentation des particules plus complexes contenues dans les autres familles.

mais également la plus grande robustesse de ces particules aux sollicitations mécaniques appliquées lors du laminage. La famille de type 2 constituée de particules volumineuses et complexes a un effectif décroissant dans un premier temps entre 10% et 82% de déformation. Il traduit leur fragmentation. Puis, elles ne semblent plus affectées par les contraintes appliquées. Les familles de type 3 et 5 présentant des allongements ou des distributions de masse cylindrique de type plan, voient leur population diminuer au cours du laminage.





# Chapitre 7

## Conclusion et perspective

Dans ce mémoire a été présenté une approche d'analyse morphologique tridimensionnelle de particules de formes complexes, appliquée à la caractérisation des intermétalliques contenus dans les alliages d'aluminium 5182.

Une méthode efficace de segmentation des particules intermétalliques a été mise au point, et validée. Elle a permis de créer des bases de données de particules pour différents états de déformation.

L'analyse des distributions spatiales, nous a permis de constater une évolution de la répartition des intermétalliques dans le volume de la tôle au cours du laminage à chaud, et de mettre en évidence le processus de fragmentation des particules.

L'étude de la covariance a montré que la distance caractéristique entre les particules évolue différemment selon les directions de l'espace. Au début du laminage les particules sont réparties de manière isotrope, puis elles sont redistribuées de façon anisotrope dans le volume. Ainsi la distance caractéristique entre les particules augmente selon les directions transversale et de laminage, et reste constante selon la direction tangentielle.

Le graphe de l'érosion linéaire, nous a permis de constater à travers le calcul de l'étoile des intermétalliques que la proportion du volume moyen de la zone étoilée par rapport au volume moyen des particules augmente avec la déformation. Les particules tendent donc globalement à devenir plus convexes.

Une simulation du matériau par un schéma booléen de sphères suivant une loi de distribution des diamètres gamma a été proposée. Les particules simulées montrent une variabilité de forme comparable à celle observée dans l'alliage d'aluminium 5182. Toutefois une comparaison de la population des particules simulées aux particules observées montre que les proportions ne sont pas identiques. Le modèle est à affiner en testant d'autres lois de distribution des diamètres comme la loi à deux populations de sphères ou la loi

log-normale.

L'étude de l'orientation des particules dans le volume de la tôle, montre qu'au début du laminage les particules ont des orientations aléatoires uniformes dans l'espace. Lorsque la déformation augmente, les particules prennent une orientation privilégiée dans le sens du laminage.

Les paramètres morphologiques choisis se sont révélés efficaces pour décrire la forme des intermétalliques. L'étude de la corrélation montre que dans le cas de l'étude des particules intermétalliques certains d'entre eux sont corrélés. Aussi nous avons réalisé une analyse en composantes principales pour trouver un espace de représentation réduit comportant toute l'information. Dans cet espace nous avons pu classer les particules en cinq familles. Chaque famille possède des caractéristiques de forme spécifique : compacte, complexe, allongée, en cigare, et en nappe. Nous avons suivi l'évolution des familles de particules au cours du laminage. Les particules complexes de volume important se brisent au début du laminage puis ne semblent plus affectées. Le nombre de particules compactes et en forme de cigare augmente avec la déformation.

Enfin l'étude de la courbure permet d'obtenir des résultats intéressants sur l'interface matrice-intermétallique, et une première étude statistique montre que 80% des particules ont des portions d'interface comprises entre cylindrique pont, en selle, et cylindrique vallée. Une étude statistique plus poussée est à effectuer. Elle permettrait d'obtenir de nouveaux paramètres pour l'analyse des données et ainsi d'affiner la classification déjà effectuée.

Une étude mécanique sur la rupture des particules est en cours à l'École des Mines de Saint-Étienne par Nicolas Moulin. Elle pourra se baser sur la classification en famille effectuée. Elle permettra de mieux comprendre physiquement l'évolution des familles au cours du laminage et comment sont redistribuées les particules dans les familles.

# Annexe A

## Acquisitions réalisées

Les images qui ont été acquises à l'ESRF au cours de la thèse sont au format raw. Les images obtenues sont codées en unsigned char, c'est à dire que les niveaux de gris sont entiers et compris entre 0 (noir) et 255( blanc). Le tableau A.1 présente les états de déformation de AA5182 acquis à l'ESRF. Il précise : le volume des données avant et après redimensionnement de l'image, la campagne au cours de laquelle les images ont été acquises, l'exploitabilité des images (notamment l'extraction possible des phases au fer).

La première campagne d'acquisition correspond aux images de l'alliage d'aluminium 5182 réalisées au cours du projet VIRFAB, celles de la 2<sup>ème</sup> campagne correspondent aux images acquises en 2004 et 2005 au cours du projet régional Rhône-Alpes pour lesquelles les paramètres d'acquisition ont été optimisés

Nom	Rés.	$\varepsilon$	taille de l'image	taille de l'image après redimensionnement	Camp.	Expl.
BDC	$0,28\mu m$	0%	$2048 \times 1810 \times 1734$	$1305 \times 1280 \times 1734$	2 <sup>ème</sup>	oui
BDC	$0,7\mu m$	0%	$1600 \times 1620 \times 2048$	-	2 <sup>ème</sup>	non
1B	$0,7\mu m$	2%	$1870 \times 1660 \times 2048$	$1035 \times 1035 \times 1725$	2 <sup>ème</sup>	oui
1B	$0,7\mu m$	2%	$1400 \times 1400 \times 1400$	$1100 \times 1265 \times 1400$	1 <sup>er</sup>	non
5B	$0,7\mu m$	10%	$2048 \times 2048 \times 2048$	$1280 \times 1280 \times 2048$	1 <sup>er</sup>	oui
6B	$0,7\mu m$	12%	$1400 \times 1400 \times 1400$	-	1 <sup>er</sup>	non
8B	$0,7\mu m$	19%	$1510 \times 1480 \times 1920$	$1252 \times 1114 \times 1920$	2 <sup>ème</sup>	oui
10B	$0,7\mu m$	41%	$1870 \times 1840 \times 1872$	$1524 \times 1300 \times 1872$	2 <sup>ème</sup>	non
12B	$0,7\mu m$	82%	$2048 \times 2048 \times 2048$	$1024 \times 1024 \times 2048$	2 <sup>ème</sup>	oui
13B	$0,7\mu m$	123,5%	$1510 \times 1750 \times 2030$	$1310 \times 1104 \times 1624$	2 <sup>ème</sup>	oui

TAB. A.1: Résumé des acquisitions réalisées à l'ESRF : nom générique de l'échantillon, résolution utilisée, taux de déformation, taille de l'image, taille de la zone d'intérêt, campagne d'acquisition, et exploitabilité

# Annexe B

## Obtention des échantillons

### B.1 Tôles analysées

Les échantillons de tôles fournies par ALCAN et préparés par le laboratoire SMS de l'École des Mines de Saint-Étienne pour être analysés par la méthode de microtomographie aux rayons X , figurent dans le tableau ci dessous :

Tôle	1	5	6	8	12	13
hauteur initiale	168	168	168	168	168	168
hauteur finale	164,64	151,86	148,82	138,64	74,12	46,86
déformation cumulée	0,02	0,10	0,12	0,19	0,82	1,235

### B.2 Découpe des tôles

La découpe des tôles d'aluminium a été réalisée à L'EMSE par Matthieu Feurstein et Nicolas Moulin. Des allumettes de dimensions  $1 \times 1 \times 15mm^3$  ont été prélevées dans l'épaisseur de la tôles à trois hauteurs différentes :  $\frac{1}{4}$  appelé A,  $\frac{3}{4}$  appelé B, et à la surface appelé C (figure B.1).

Les échantillons qui ont été analysés par microtomographie à l' ESRF sur la ligne 19 sont : 1B, 5B, 6B, 8B, 12B, 13B, 1C, 6C, 12C. Ceux qui ont été étudiés par analyse d'images sont : 1B, 5B, 6B, 8B,12B,13B.

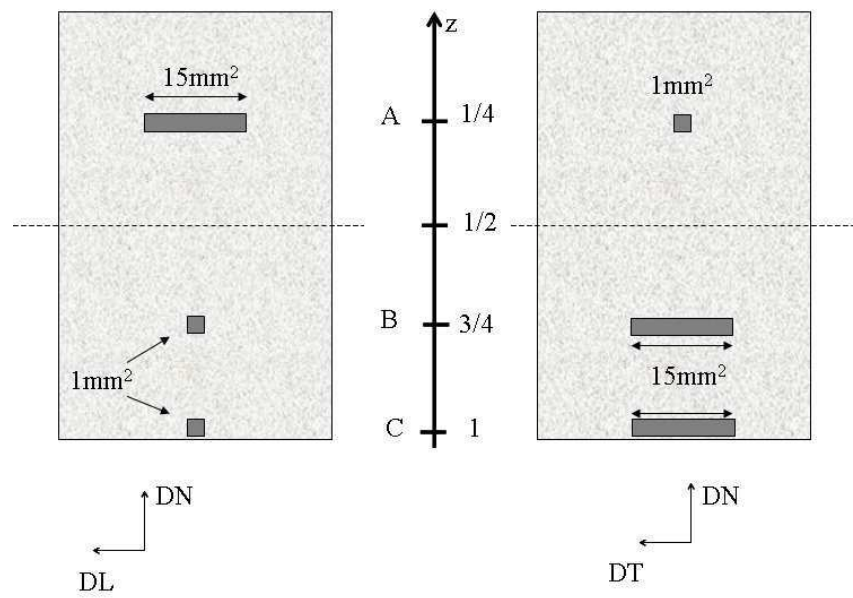


FIG. B.1: Illustration de la découpe des tôles de l'alliage d'aluminium en fonction des échantillons A B et C

# Annexe C

## Outil morphologique

Dans ce paragraphe nous proposons un rappel de morphologie mathématique [58][84][83]. Nous définissons les opérations de base : érosion et dilatation. Nous rappelons leurs propriétés mathématiques, et leur définition dans le cadre de l'analyse d'images.

### C.1 La morphologie mathématique

La morphologie mathématique est une discipline relativement récente des mathématiques appliquées qui s'est considérablement développée ces 30 dernières années [58][42][84][18][83][85]. Elle est fondée sur la théorie des ensembles [59][60] et sur la géométrie intégrale [82]. Elle consiste à analyser une structure par comparaison à un ensemble de formes connues, les éléments structurants (voir figure C.1). La comparaison est effectuée par des relations booléennes de type intersection ou inclusion. Elle peut être appliquée pour le traitement et l'analyse de divers types d'images : multi spectrale, couleur, à niveaux de gris, binaire.

Au chapitre précédent nous avons segmenté les particules intermétalliques de la matrice d'aluminium. Nous étudions donc des images binaires. Les particules intermétalliques de la phase au fer forment un ensemble et la matrice d'aluminium représente son complémentaire.

### C.2 L'érosion

L'érosion morphologique d'un ensemble  $X$  par un élément structurant  $B$  notée  $\varepsilon_B(X)$  est définie par l'équation C.1. L'opération d'érosion morphologique est une transformation ensembliste, c'est à dire que la réponse à cette transformation est de type booléenne. Ainsi l'érodé de  $X$  par  $B$  correspond



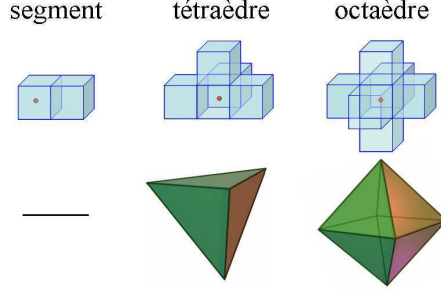


FIG. C.1: 3 types d'éléments structurants unitaires tridimensionnels utilisés, version continue en bas et numérisée en haut (l'origine de l'élément structurant est représentée par une boule rouge).

à toutes les positions du centre de l'élément structurant tel que celui-ci soit totalement inclus dans l'ensemble  $X$ .

L'équation C.1 peut également s'écrire en terme d'intersection de l'ensemble  $X$  translaté par  $B$  (équation C.2), ou encore en utilisant l'opérateur de soustraction de Minkowski (équation C.3), où  $\check{B}$  correspond au transposé de  $B$  c'est à dire à son symétrique par rapport à son origine.

$$\varepsilon_B(X) = \{x | B_x \subseteq X\} \quad (\text{C.1})$$

$$\varepsilon_B(X) = \bigcap_{b \in B} X_{-b} \quad (\text{C.2})$$

$$\varepsilon_B(X) = X \ominus \check{B} \quad (\text{C.3})$$

### C.3 La dilatation

La dilatation d'un ensemble  $X$  par un élément structurant  $B$  notée  $\delta_B(X)$  est définie par l'équation C.4. Le dilaté de  $X$  par  $B$  correspond au lieu des implantations de l'élément  $B_x$  quand celui-ci rencontre  $X$ . L'équation C.4 peut être écrite en terme d'union de l'ensemble translaté par  $B$  (équation C.5), ou encore en utilisant l'opérateur d'addition de Minkowski (équation C.6).

$$\delta_B(X) = \{x | B_x \cap X \neq \emptyset\} \quad (\text{C.4})$$

$$\delta_B(X) = \bigcup_{b \in B} X_{-b} \quad (\text{C.5})$$

$$\delta_B(X) = X \oplus \check{B} \quad (\text{C.6})$$

## C.4 Propriétés des opérations de dilatation et d'érosion morphologique

Dans ce paragraphe nous rappelons les propriétés algébrique de la dilatation et de l'érosion morphologique. Les démonstrations des propriétés énoncées se trouvent dans l'ouvrage de J. Serra [84]. Les principales propriétés de ces opérations sont :

- la dilatation et l'érosion sont des opérations duales vis à vis de la complémentation. Ainsi dilater un ensemble  $X$  par un élément structurant  $B$ , revient à éroder l'ensemble complémentaire  $X^c$  par  $B$ .
- l'érosion et la dilatation sont des opérations croissantes. Si un ensemble  $X$  est inclus dans un ensemble  $Y$ , l'érodé de  $X$  par un élément structurant  $B$  est lui aussi inclus dans l'érodé de  $Y$  par  $B$ , il en va de même pour la dilatation :

$$\begin{cases} X \subset Y \Rightarrow \varepsilon_B(X) \subset \varepsilon_B(Y) \\ X \subset Y \Rightarrow \delta_B(X) \subset \delta_B(Y) \end{cases}$$

- l'érosion est une transformation anti-extensive, tandis que la dilatation est extensive :

$$\varepsilon_B(X) \subset X \subset \delta_B(X)$$

- l'érosion et la dilatation sont des transformations itératives. Ainsi l'érosion de  $X$  par un élément structurant  $B$  de dimension  $n$  est équivalente à  $n$  érosions de  $X$  par un élément structurant unité, il en est de même pour la dilatation :

$$\delta_{nB}(X) = \underbrace{\delta_{1B} \circ \dots \circ \delta_{1B}}_{n \text{ fois}}(X)$$

Algorithmiquement cette propriété est très utilisée, notamment dans le cas de la mesure du moment  $P(h)$  de l'image par l'érosion linéaire par des éléments structurants de taille croissante.

- l'érosion et la dilatation sont des opérations non homotopiques, c'est à dire qu'elles ne conservent pas les relations de connexité des objets.
- la dilatation commute avec l'union, tandis que l'érosion commute avec l'intersection :

$$\begin{cases} \varepsilon_B (X \cap Y) \Leftrightarrow \varepsilon_B (X) \cap \varepsilon_B (Y) \\ \delta_B (X \cup Y) \Leftrightarrow \delta_B (X) \cup \delta_B (Y) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \varepsilon_{B_1 \cup B_2} (X) \Leftrightarrow \delta_{B_1} (X) \cap \varepsilon_{B_2} (Y) \\ \delta_{B_1 \cup B_2} (X) \Leftrightarrow \delta_{B_1} (X) \cup \delta_{B_2} (Y) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \varepsilon_{B_1 \cap B_2} (X) \supset \varepsilon_{B_1} (X) \cap \varepsilon_{B_2} (Y) \\ \delta_{B_1 \cap B_2} (X) \subset \delta_{B_1} (X) \cup \delta_{B_2} (Y) \\ \varepsilon_B (X \cup Y) \supset \varepsilon_B (X) \cup \varepsilon_B (Y) \end{cases}$$

## C.5 Problème des bords : théorème du masque de mesure

L'image binaire obtenue de l'alliage 5182 correspond à une région d'intérêt déterminée dans l'image initiale, qui correspond elle même à une partie de l'échantillon. Aussi si nous réalisons des mesures globales sur l'ensemble des intermétalliques contenues dans l'image binaire, les bords biaisent les résultats par rapport à ce que nous obtiendrions si nous effectuions la mesure dans un champ de mesure de dimensions infinies. Il faut appliquer avant toute mesure de la transformée de X par un élément structurant B, une correction adaptée utilisant le théorème du masque de mesure (figure C.2).

### C.5.1 Théorème du masque de mesure

*Pour toute érosion ou dilatation, faisant intervenir un élément structurant B, réalisée de manière locale et uniforme sur l'ensemble X connu dans un masque Z, le résultat de la transformation n'est connu sans biais que dans le masque Z' obtenu par érosion du masque Z par B.*

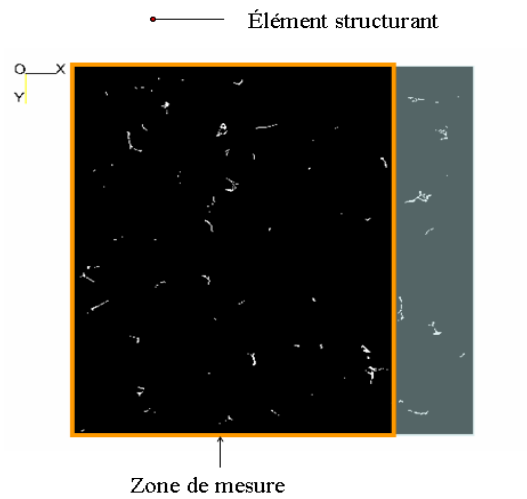


FIG. C.2: Illustration du théorème du masque de mesure sur une coupe de AA5182 déformé à 10%, après érosion par un élément structurant de type segment dont l'origine est marquée par un point rouge.



# Annexe D

## Outil Statistique

Dans cette section, nous rappelons d’abord la définition de l’histogramme utilisé fréquemment au cours du travail présenté, puis nous présentons la correction d’histogramme appliquée dans le cadre de l’étude statistique directe des paramètres (chapitre 6).

### D.1 Histogramme

Un histogramme est une représentation graphique, qui permet de visualiser une série statistique de variables quantitatives continues. Il permet ainsi d’étudier les variations d’une variable sur un ensemble d’individus.

L’intervalle de mesure de l’histogramme est égal à la valeur maximale moins la valeur minimale prise par les variables. L’intervalle est ensuite divisé en classes de largeurs identiques. Le nombre de classes est inférieur ou égal au nombre de valeurs différentes mesurées.

L’amplitude de chaque classe est égale à la somme des individus compris dans la classe, l’histogramme est alors dit *mesuré en nombre*. Si l’amplitude de chaque classe est égale à la somme des individus pondérée par leur poids dans la distribution, l’histogramme est dit *mesuré en volume*.

### D.2 Correction d’histogramme

Dans le cas de l’analyse d’objets contenus dans un champ de mesures, les objets n’ont pas tous la même probabilité d’être comptabilisés.

Par exemple, lors de la création de la base de données des particules intermétalliques contenues dans l’alliage d’aluminium 5182, nous supprimons les particules qui touchent les bords de l’image. Aucune mesure ne peut

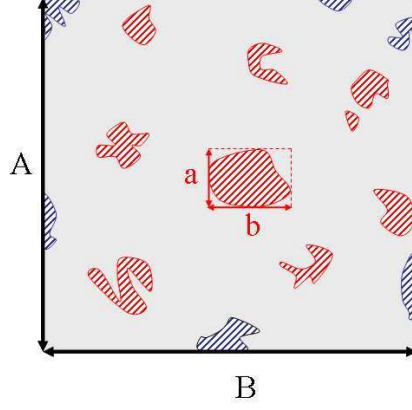


FIG. D.1: Illustration de la probabilité d'inclusion d'un objet ayant une boîte de Feret de taille  $a \times b$  dans un champ de mesure de dimension  $A \times B$ . Les objets entiers sont représentés en rouge, les objets intersectés par le champ de mesure sont représentés en bleu.

en effet être faite sur celles ci puisqu'elles correspondent à des particules tronquées.

Plus une particule est de taille importante, plus sa probabilité d'intersecter les bords de l'image est grande. Une correction est alors réalisée. Elle permet de donner plus d'importance dans l'histogramme aux particules de taille importante en prenant en compte leur probabilité d'être incluses dans le champ de l'image (illustration figure D.1).

Cette correction dérive du théorème du masque de mesure présenté au chapitre 4, elle a été proposée par Miles en 1974 [65] et Lantuejoul en 1980.

La probabilité d'inclusion d'un objet  $x_i$  dans le masque de mesure  $Z$  de dimension  $A \times B$  est fonction de sa taille et de celle du masque (équation D.1).

$$P(x_i \subset Z) = \frac{Mes[\varepsilon^{x_i}(Z)]}{Mes[Z]} \quad (D.1)$$

On peut montrer que cette probabilité est directement liée à la dimension de la boîte de feret  $a \times b$  de l'objet  $x_i$ , la pondération appliquée à la mesure dans le cas du calcul de l'histogramme est donnée par l'équation D.2.

$$K = \frac{1}{P(x_i \subset Z)} = \frac{A \times B}{(A - a) \times (B - b)} \quad (D.2)$$

## Annexe E

# Propriétés des moments principaux d'inertie

Les moments principaux d'inertie d'un solide satisfont certaines inégalités. Nous notons  $I_1, I_2, I_3$ , les trois moments principaux d'inertie d'un solide dans l'espace  $\mathbb{R}^3$ . En prenant comme axes de coordonnées les directions principales du tenseur d'inertie, et en considérant un solide de masse unité, nous avons les relations suivantes :

$$I_1 = \int \int \int (y^2 + z^2) dx dy dz$$

$$I_2 = \int \int \int (x^2 + z^2) dx dy dz$$

$$I_3 = \int \int \int (x^2 + y^2) dx dy dz$$

Il vient :

$$I_1 + I_2 = \int \int \int (y^2 + 2z^2 + x^2) dx dy dz \geq \int \int \int (x^2 + y^2) dx dy dz = I_3$$

Les moments principaux d'inertie normalisés  $\lambda_i = \frac{I_i}{(I_1 + I_2 + I_3)}$  avec  $i = \{1, 2, 3\}$  satisfont :

$$\lambda_1 + \lambda_2 \geq \lambda_3$$

Par suite :

$$1 - \lambda_3 \geq \lambda_3 \Rightarrow \lambda_3 \leq \frac{1}{2}$$



## Annexe E. Propriétés des moments principaux d'inertie

---

En permuttant les indices, nous obtenons  $\lambda_i \leq \frac{1}{2}$ . Cette inégalité est donc vérifiée pour la plus grande valeur principales normalisé. Ce résultat est valide pour tou système continu ou discret.

# Bibliographie

- [1] User's guide reference manual. Amira 3.1.
- [2] Jens ALKEMPER et Peter W. VOORHEES : Three dimensionnal characterization of dendritic microstructures. *Acta materiala*, 49:897–902, 2001.
- [3] Mihael ANKERST, Gabi KASTENMILLER, Hans-Peter KRIEGEL et Thomas SEIDL : 3D shape histograms for similarity search and classification in spatial databases. In *SSD '99 : Proceedings of the 6th International Symposium on Advances in Spatial Databases*, pages 207–226, London, UK, 1999. Springer-Verlag.
- [4] Antoine AUBERT, Dominique JEULIN et Ronaldo HASHIMOTO : Surface texture classification from morphological transformations. *Mathematical morphology and its applications to image and signal processing*, pages 253–262.
- [5] Antoine BALDACCI : *Rupture des particules intermétalliques durant le laminage à chaud d'un alliage d'aluminium 5182*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne, janvier 2003. projet VIRFAB.
- [6] José BARUCHEL, Jean-Yves BUFFIÈRES, Eric MAIRE, Paul MERLE et Gilles PEIX : *X-ray Microtomography in material science*. Hermes Sciences. Hermes, 2000. ISBN 2-7462-0115-1.
- [7] Jean-Paul BENZÉCRI : *L'analyse des données. T1 : La Taxinomie.*, volume I. Dunod, 1973.
- [8] Jean-Paul BENZÉCRI : *La Pratique de L'analyse Des Données*, volume II. Dunod, 2eme édition, 1980.
- [9] Paul J. BESL et Ramesh C. JAIN : Invariant surface characteristics for 3D object recognition in range images. *Computer Vision Graphics Image Processing*, 33(1):33–80, June, 1986 1986.
- [10] Serge BEUCHER et Fernand MEYER : *The morphological approach to segmentation : the watershed transformation*. Marcel Dekker, 1992.
- [11] Fred L. BOOKSTEIN : *Morphometric tools for landmark data*. Cambridge University Press, 1997.

- [12] G BORGEFORS : Distance transformations in arbitrary dimensions. *Computer Vision, Graphics, and Image Processing*, 27:344–371, 1984.
- [13] G BORGEFORS : Distance transformations in digital images. *Computer Vision, Graphics and Image Processing*, 34:344–371, 1986.
- [14] Jean-Marie BOUROUCHE et Gilbert SAPORTA : *L'analyse Des Données*. Que sais-je ?, 48 édition, 1980.
- [15] J-Y. BUFFIERE, E. MAIRE, P. CLOETENS, G. LORMAND et R. FOUGERES : Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Materialia*, 47(5):1613–1625, 1999.
- [16] D. CHESSEL et D. DEBOUZIE : Analyse des correspondances et écologie : Causes et conséquence du succès. *In 12 ème Colloque Méthode Mathématiques Appliquées À la Géographie*, pages 117–130, 1983.
- [17] Jean-Pierre COCQUEREZ et Sylvie PHILIPP : *Analyse d'images : filtrage et segmentation*. Masson, 1993.
- [18] Michel COSTER et Jean-Louis CHERMANT : *Précis d'analyse d'images*. Presses du CNRS, 1989.
- [19] Morgan W. CROFTON : On the theory of local probability, applied to straight lines drawn at random in a plane ; the methods used being also extended to the proof of certain new theorems in the integral calculus. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 158:181–199, 1868.
- [20] Michel CRUCIANU, Jean-Pierre Asselin de BEAUVILLE et Romuald BONÉ : *Méthodes Factorielles Pour L'analyse Des Données, Méthodes Linéaires et Extension Non Linéaires*. Lavoisier, 2004. ISBN 2-7462-0921-7.
- [21] O. CUISENAIRE et B. MACQ : Fast euclidean distance transformation by propagation using multiple neighborhoods. *Computer Vision and Image Understanding*, 76(2):163–172, 1999.
- [22] Luciano da FONTOURA COSTA et Roberto Cesar Jr. MARCONDES : *Shape Analysis and Classification : Theory and Practice*. CRC Press, 2000.
- [23] Per-Erik DANIELSSON : Euclidean distance mapping. *Computer Graphics and Image Processing*, 14:227–248, 1980.
- [24] Rhodri H. DAVIES, Carole J. TWINING, Tim. F. COOTES, John C. WATERTON et Chris. J. TAYLOR : A minimum description length approach to statistical shape modelling. *IEEE Transactions on Medical Imaging*, 21(5):525–537, may 2001.

- [25] Arnaud DELARUE : *Prévision du comportement électromagnétique de matériaux composites à partir de leur mode d'élaboration et de leur morphologie*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 26 septembre 2001.
- [26] Raffi ENFICIAUD : *Avancées algorithmiques en Morphologie Mathématique et applications*. Thèse de doctorat, Ecole supérieure des Mines de Paris, 2007, en préparation.
- [27] L. A. FELDKAMP, L. C. DAVIS et J. W. KRESS : Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A : Optics, Image Science, and Vision, Volume 1, Issue 6, June 1984*, pp.612-619, 1:612–619, juin 1984.
- [28] Matthieu FEUERSTEIN : *Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques de tôles d'aluminium AA5182*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2006.
- [29] Pascal-Jean FREY, H BOROUCAKI et Paul Louis GEORGE : 3D delaunay mesh generation coupled with an advancing-front approach. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157(1):115–131, 1998.
- [30] Pascal-Jean FREY et Paul Louis GEORGE : *Maillage : Applications aux éléments finis*. Science Publications, 1999.
- [31] R. J. GARDNER, Eva B. Vedel JENSEN et A.VOLCIC : Geometric tomography and local stereology. *Advances in Applied Mathematics*, 30(3):397–423, 2003.
- [32] Pierre GRANGEAT : *La tomographie fondement mathématiques, imagerie microscopique et imagerie industrielle*. Hermes-Sciences, 2002.
- [33] A GRECO, Dominique JEULIN et Jean SERRA : The use of the texture analyser to study sinter structure : Application to the morphology of calcium ferrites encountered in basic sinters of rich iron ores. *Journal of microscopy*, 116(2):199–211, 1979.
- [34] T HERSANT et D JEULIN : L'échantillonnage dans les analyses quantitatives d'images. exemples d'appication aux mesures des teneurs de phases dans les agglomérés et des inclusions dans les aciers. *In Journée métallurgiques d'automne 1975*, pages 503–517. Société française de métallurgie, 1976.
- [35] Asger HOBOLTH : The spherical deformation model. *Biostatistics*, 4:583–595, 2003.
- [36] Asger HOBOLTH, Jan PEDERSEN et Eva B. Vedel JENSEN : A deformable template model, with special reference to elliptical templates. *Journal Math. Imaging Vision*, 17(2):131–137, 2002.

- [37] Hugues HOPPE : Progressive meshes. *In ACM SIGGRAPH 1996*, pages 99–108, 1996.
- [38] Hugues HOPPE, Tony DEROSE, Tom DUCHAMP, John McDONALD et Werner STUETZLE : Mesh optimization. *In ACM SIGGRAPH 1993*, pages 19–26, 1993.
- [39] Harold HOTELLING : Analysis of a complex of statistical variables with principal components. *J. Educ. Psy.*, 24:498–520, 1933.
- [40] H. HUBERT, F. BLEIN, J. BLOT et M. JEANDIN : Effet thermique sur polyéthylènetéréphtalate (PET) dû à une particule d'aluminium projetée plasma. *La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux*, pages 1519–1524, décembre 2000.
- [41] Philippe JARRY et Eric JANOT : Utilisation de la dissolution selective en métallurgie structurale des alliages d'aluminium. *In Imagerie 3D en science des matériaux*, Saint-Etienne, 2004. Presses de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [42] Dominique JEULIN : *Morphologie mathématique et propriétés physiques des agglomérés de minerais de fer et de coke métallurgique*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1979.
- [43] Dominique JEULIN : Modèle de structures aléatoires et de changement d'échelle. Thèse d'état, Université de Caen, 1991.
- [44] Dominique JEULIN : Random texture models for material structures. *Statistics and Computing*, 10:121–132, 2000.
- [45] Dominique JEULIN : *Homogénéisation en mécanique des matériaux*, volume 1. Hermes, 2001.
- [46] Dominique JEULIN, I. Terol VILLALOBOS et A. DUBUS : Morphological analysis of UO<sub>2</sub> powder using a dead leaves model. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 6(4):371–384, 1995.
- [47] Ronald JONES et Pierre SOILLE : Periodic lines : Definition, cascades, and application to granulometries. *Pattern Recognition Letters*, 17(10): 1057–1063, september 1996.
- [48] D. G. KENDALL : Shapes-manifolds procrustean metrics and projective spaces. *Bulletin of the London mathematical society*, 16:81–121, 1984.
- [49] Reinhard KLETTE et Piero ZAMPERONI : *Handbook of Image processing operators*. ISBN : 0471 95642 2. John Wiley and sons, Baffins Lane Chichester, février 1996.
- [50] Christian LANTUÉJOUL et Serge BEUCHER : On the use of the geodesic metric in image analysis. *Journal of microscopy*, 121:39–49, 1981.

- [51] Christian LANTUÉJOUL et Francis MAISONNEUVE : Geodesic methods in quantitative image analysis. *Pattern Recognition*, 17(2):177–187, 1984.
- [52] Guillaume LAVOUE, Florent DUPONT et Attila BASKURT : Constant curvature region decomposition of 3D meshes by a mixed approach vertex triangle. *Journal of WSCG*, 12(1-3):–, 2004.
- [53] Ludovic LEBART, Alin MORINEAU et Marie PIRON : *Statistique Exploratoire Multidimensionnelle*. Dunod, 1995. ISBN 2-10-002866-3.
- [54] Subhash R. LEE et Joan T. RICHTSMEIER : *An invariant approach to statistical analysis of shapes*. Chapman and Hall CRC, 2001.
- [55] Alexandre LENOIR : *Des outils pour les surfaces discrètes*. Thèse de doctorat, Université de Caen, 1999.
- [56] William E. LORENSEN et Harvey E. CLINE : Marching cubes : A high resolution 3D surface construction algorithm. In *SIGGRAPH '87 : Proceedings of the 14th annual conference on Computer graphics and interactive techniques*, pages 163–169, New York, NY, USA, 1987. ACM Press.
- [57] Eric MAIRE, Jean-Claude GRENIER, D. DANIEL, Antoine BALDACCI, Helmut KLÖCKER et Annabelle BIGOT : Quantitative 3D characterization of intermetallic phases in an AlMg industrial alloy by X-ray microtomography. *Scripta Materialia*, 55(2):123–126, mars 2006.
- [58] Georges MATHERON : *Elements pour une théorie des milieux poreux*. Masson, 1967.
- [59] Georges MATHERON : Ensembles aléatoires, ensembles semi-markovien, et polyèdre poissoniens. *Advances in Applied Probability*, 4:508–541, 1972.
- [60] Georges MATHERON : *Random sets and integral geometry*. John Wiley & Sons, 1975.
- [61] Georges MATHERON : *Examples of topological properties of skeletons*, volume 2. Academic Press, 1988.
- [62] Calvin R. MAURER, JR., Rensheng QI et Vijay RAGHAVAN : A linear time algorithm for computing exact euclidean distance transforms of binary images in arbitrary dimensions. *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, 25:265–270, 2003.
- [63] Roberto MENDOZA, Jens ALKEMPER et Peter W VOORHEES : The morphological evolution of dendritic microstructures during coarsening. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(3):481–489, march 2003.

- [64] Roberto MENDOZA, Jens ALKEMPER et Peter.W. VOORHEES : Three-dimensional morphological characterization of coarsened microstructures. *Zeitschrift für Metallkunde*, 96(2):155–160, 2005.
- [65] R E MILES : *On the elimination of edge-effects in planar sampling*. Stochastic geometry : a tribute to the memory of Rollo Davidson. Wiley and Sons, London-New York- Sydney-Toronto, 1974.
- [66] U MONTANARI : A method for obtaining skeletons using a quasi-euclidean distance. *Journal of ACM*, 15:600–624, 1968.
- [67] Maxime MOREAUD : *Propriétés morphologiques multi-échelles et prévision du comportement diélectrique de nanocomposites*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [68] Maxime MOREAUD et Dominique JEULIN : Multi-scale simulation of random spheres aggregates . Application to nanocomposites. In Jacek CHRAPONSKI, Jan CWAJNA et Lezek WOJNAR, éditeurs : *9th European congress on stereology and image analysis and 7 th STERMAT International Conference on stereology and Image Analysis in Materials Science*, volume 1 de ISBN 83-917834-4-8, pages 341–348, Zakopane, mai 2005. Polish Society of Stereology.
- [69] Nicolas MOULIN : *Modélisation de la rupture des particules intermétalliques dans les alliages d'aluminium*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2007, en préparation.
- [70] Joachim OHSER et Frank MÜCKLICH : *Statistical Analysis of Microstructures in Materials Science*. Hardcover, 2000. editeur :John Wiley & Sons.
- [71] Estelle PARRA, ALAINFANGET, Gerald CONTESSE et Dominique JEULIN : Analyse morphologique 3D de composites particuliers par microtomographie. In *27 ème Journée ISS France*, Paris, février 2004. 27 eme Journée ISS France.
- [72] Estelle PARRA, Alain FANGET, Gerald CONTESSE et Dominique JEULIN : Conception d'outils morphologiques 3D pour la caractérisation de matériaux composites particuliers. In *Imagerie 3D en science des matériaux, SF2M section Sud-Est*, Saint-Etienne, 2004. Presses de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [73] Estelle PARRA-DENIS, Cécile BARAT, Christophe DUCOTTET et Dominique JEULIN : 3D morphological analysis of particles in aluminium alloys by X-ray microtomography. In *EUROMAT*, Prague, République Tchèque, 5-8 septembre 2005. FEMS.

- [74] Estelle PARRA-DENIS, Cécile BARAT, Christophe DUCOTTET et Dominique JEULIN : Caractérisation morphologique de particules intermétalliques dans les alliages d'aluminium par analyse statistique. *In Matériaux 2006*, 2006.
- [75] Estelle PARRA-DENIS, Christophe DUCOTTET et Dominique JEULIN : 3D morphological analysis of non metallic inclusions. *In* Jacek CHRAPONSKI, Jan CWAJNA et Lezek WOJNAR, éditeurs : *9th European congress on stereology and image analysis and 7th STERMA International Conference on stereology and Image Analysis in Materials Science*, ISBN 83-917834-4-8, pages 111–122, Zakopane, mai 2005. Polish Society of Stereology.
- [76] Estelle PARRA-DENIS, Christophe DUCOTTET et Dominique JEULIN : Analyse morphologique 3D d'inclusions dans les alliages d'aluminium. *In Journée de l'école doctorale*, Saint-Étienne, octobre 2005. Ecole doctorale de Saint-Etienne, Presses de l'Université Jean Monnet.
- [77] Estelle PARRA-DENIS et Dominique JEULIN : Modélisation morphologique 3D des particules intermétalliques dans les alliages d'aluminium. *In Matériaux 2006*, 2006.
- [78] Karl PEARSON : On lines and planes of closest fit to systems of points in space. *Philosophical magazine*, 2:559–572, 1901. <http://pbil.univ-lyon1.fr/R/Pearson1901.pdf>.
- [79] Konrad POLTHIER et Wayne ROSSMAN : Index of discrete constant mean curvature surfaces. *J. Reine und Angew. Math.*, 549:47–77, 2002.
- [80] J RADON : Über die bestimmung von funktionen durch ihre integralwerte langs gewisser mannigfaltigkeiten. *Berichte Sachsische Akademie der Wissenschaften*, 69:262–Ü267, 1917.
- [81] A ROSENFELD et J L PFALTZ : Distance functions on digital pictures. *Pattern Recognition*, 1:33–61, 1968.
- [82] Luis Antonio SANTALÒ : *Integral geometry and geometric probability*, volume 1. addison wesley, Cambridge Massachussets, encyclopedia of mathematics and its appicatins édition, 1976.
- [83] Michel SCHMITT et Juliette MATTIOLI : *Morphologie Mathématique*. Masson, 1994.
- [84] Jean SERRA : *Image analysis and mathematical morphology*, volume 1. London academic Press, Orlando, FL, USA, 1982.
- [85] Pierre SOILLE : *Morphological image analysis Principles and applications*. Springer Verlag, Berlin, 2eme édition, 1999.



- [86] Ernest M. STOKELY et Shang You WU : Surface parametrization and curvature measurement of arbitrary 3-d objects : Five practical methods. *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, 14(8):833–840, 1992.
- [87] Peter W VOORHEES, Jens ALKEMPER et Roberto MENDOZA : Morphological evolution of dendritic microstructures. *Advanced Engineering materials*, 4(9):481–489, 2002.
- [88] Joe H WARD : Hierarchical grouping to optimize an objective function. *Journal of the American Statistical Association*, 58(301):234–244, mars 1963.
- [89] Souhail YOUSSEF : *Etude par tomographie X et modélisation par éléments finis du comportement mécanique de mousses solides*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.

## Résumé de la thèse :

Le matériau étudié dans cette thèse est un alliage d'aluminium 5182 contenant des particules intermétalliques de deux types :  $Al_x(Fe,Mn)$  et  $Mg_2Si$ . Au cours du laminage industriel, les particules sont brisées et redistribuées dans le volume de la tôle. Or, les particules intermétalliques contrôlent à la fois l'aspect de surface et la formabilité de la tôle finale.

Le travail présenté dans la thèse s'articule autour de deux problématiques : mettre en évidence la distribution volumique des particules intermétalliques dans le volume de la tôle, et caractériser leur forme tridimensionnelle complexe au cours du laminage. Ainsi, des échantillons prélevés à différentes étapes du laminage sont observés par micro tomographie aux rayons X (réalisée à l'ESRF). Les images tridimensionnelles obtenues sont segmentées par la méthode de segmentation multi classe. Elle permet d'extraire chaque type de particule de l'alliage. Une base de donnée contenant chaque particule individualisée est créée. Elle permet de reconstruire l'image binaire du matériau et de travailler particule à particule.

La dispersion des particules est mise en évidence par l'étude du graphe des distances et de la covariance. Puis l'analyse de l'érosion linéaire et de la covariance permet de modéliser le matériau par un modèle probabiliste de type schéma Booléen à grains primaires sphériques.

Une batterie de paramètres morphologiques caractérise la forme tridimensionnelle complexe des particules. Une analyse en composantes principales est ensuite réalisée pour synthétiser l'information. Dans l'espace obtenu, les particules sont classées en cinq familles de forme. Enfin, leur évolution au cours du laminage est étudiée.

## Abstract of the thesis :

In this PhD-thesis, the studied material is an aluminium alloys 5182 containing two particles types:  $Al_x(Fe,Mn)$  and  $Mg_2Si$ . During industrial rolling, particles are broken up, and redistributed in the volume of the sheet.

As particles controls surface aspect and formability of the final sheet, the work presented is based on two issues: to highlight volume distribution of intermetallic particles, and to characterize their three-dimensional shapes during the rolling process. Thus, samples extracted to different steps of the rolling process are been scanned by X ray micro tomography (performed at the ESRF). The obtained three dimensional images are segmented by a multi class thresholding method. Extraction of each particle type is allowed. A data basis containing each individualized particles is created. It ensures to reconstruct the material binary image and also to work particle by particle.

The particles dispersion is highlight by the graph of distances and the covariance study. The analysis of linear erosion and covariance allows to model the material by a probabilistic Boolean model with spherical primary grains.

A set of morphological parameters characterizes the intermetallic particles three dimensional complex shapes. A principal components analysis is performed to sum up the information. In the obtained subspace, particles are classified into 5 families of shapes. Their evolution is followed during the rolling process.